



(51) МПК  
*B29B 7/00* (2006.01)  
*C08K 9/04* (2006.01)  
*B29B 7/10* (2006.01)  
*B29B 7/28* (2006.01)  
*B29B 7/38* (2006.01)  
*B29B 9/08* (2006.01)  
*C09C 1/02* (2006.01)

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(52) СПК

*B29B 7/00* (2006.01); *C08K 9/04* (2018.02); *B29B 7/10* (2018.02); *B29B 7/28* (2018.02); *B29B 7/38* (2018.02);  
*B29B 9/08* (2018.02); *C09C 1/02* (2018.02)

(21)(22) Заявка: 2017123152, 25.11.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
25.11.2015Дата регистрации:  
22.01.2019

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
02.12.2014 EP 14195970.0(43) Дата публикации заявки: 09.01.2019 Бюл. №  
1

(45) Опубликовано: 22.01.2019 Бюл. № 3

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на  
национальной фазе: 03.07.2017(86) Заявка РСТ:  
EP 2015/077678 (25.11.2015)(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2016/087286 (09.06.2016)Адрес для переписки:  
129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр. 3, ООО  
"Юридическая фирма Городисский и  
Партнеры"

(72) Автор(ы):

**БРУННЕР Мартин (CH),  
 КНЕРР Михаэль (CH),  
 ХИРЗИГЕР Кристоф (CH),  
 РИЗЕН Роланд (CH),  
 СКИРОЗИ Джузеппе (CH),  
 ТИНКЛЬ Михаэль (CH),  
 ШУЛЬЦ Карстен Удо (DE),  
 МУРАТОРЕ Антонио (IT)**

(73) Патентообладатель(и):  
**ОМИА ИНТЕРНЭШНЛ АГ (CH)**(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2471837 C2, 01.10.2013. RU  
1804082 C, 20.08.1995. EP 1149136 A1,  
31.10.2001. EP 1603977 A1, 14.12.2005. WO  
1995017441 A1, 29.06.1995. WO 1999034973  
A1, 07.15.1999.**(54) УПЛОТНЕННЫЙ МАТЕРИАЛ С ОБРАБОТАННОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ**

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к способу получения уплотненного материала. Описан способ получения уплотненного материала, включающий следующие стадии: а) обеспечение, по меньшей мере, одного порошкового материала, б) обеспечение полимерного связующего, с) одновременную или последовательную подачу, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии а) и полимерного связующего со стадии б) в

высокоскоростной смеситель, d) смешивание, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии а) и полимерного связующего со стадии б) в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала и e) снижение температуры уплотненного материала, полученного на стадии d), ниже температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего, где, по меньшей мере, один порошковый материал содержит продукт

из поверхностно-обработанного материала наполнителя, содержащего материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, и обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, где обработанный слой содержит i) по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции. Также описаны уплотненный материал, применения уплотненного материала, полимерная

композиция, применение полимерной композиции, полимерный продукт, изделие. Технический результат: предложен способ изготовления материалов, подходящих для включения в полимеры, такие как композиции термопластичного полимера, посредством непрерывного или периодического процесса, причем порошковый материал, который должен быть введен в полимер, может быть хорошо диспергирован в обычном одношнековом экструдере. 11 н. и 8 з.п. ф-лы, 11 табл., 9 пр.

R U 2 6 7 8 0 6 7 C 2

R U 2 6 7 8 0 6 7 C 2



(51) Int. Cl.

*B29B 7/00* (2006.01)  
*C08K 9/04* (2006.01)  
*B29B 7/10* (2006.01)  
*B29B 7/28* (2006.01)  
*B29B 7/38* (2006.01)  
*B29B 9/08* (2006.01)  
*C09C 1/02* (2006.01)

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*B29B 7/00* (2006.01); *C08K 9/04* (2018.02); *B29B 7/10* (2018.02); *B29B 7/28* (2018.02); *B29B 7/38* (2018.02);  
*B29B 9/08* (2018.02); *C09C 1/02* (2018.02)

(21)(22) Application: **2017123152, 25.11.2015**(24) Effective date for property rights:  
**25.11.2015**Registration date:  
**22.01.2019**

Priority:

(30) Convention priority:  
**02.12.2014 EP 14195970.0**(43) Application published: **09.01.2019** Bull. № 1(45) Date of publication: **22.01.2019** Bull. № 3(85) Commencement of national phase: **03.07.2017**(86) PCT application:  
**EP 2015/077678 (25.11.2015)**(87) PCT publication:  
**WO 2016/087286 (09.06.2016)**

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaya, 25, str. 3, OOO  
 "Yuridicheskaya firma Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**TINKL, Michael (CH),  
 SCHIROSI, Giuseppe (CH),  
 RIESEN, Roland (CH),  
 HIRSIGER, Christoph (CH),  
 KNERR, Michael (CH),  
 BRUNNER, Martin (CH),  
 SCHULZ, Karsten Udo (DE),  
 MURATORE, Antonio (IT)**

(73) Proprietor(s):

**OMYA INTERNATIONAL AG (CH)**

**(54) COMPACTED MATERIAL WITH TREATED SURFACE**

(57) Abstract:

FIELD: manufacturing technology.

SUBSTANCE: present invention relates to a method for producing a compacted material. Method for producing a compacted material is described, comprising the following steps: a) providing at least one powder material, b) providing a polymeric binder, c) simultaneously or sequentially feeding at least one powder material from step a) and a polymeric binder from step b) to a high-speed mixer, d) mixing at least one powder material from step a) and a polymeric binder from step b) in a high-speed mixer until a compacted material is formed, and e) reducing the temperature of the compacted material obtained in step

d) below the melting point or glass transition temperature of the polymeric binder, where at least one powder material contains a product from a surface-treated filler material containing calcium carbonate-containing filler material, and the treated layer on at least part of the surface of the filler material containing calcium carbonate, where the treated layer contains i) at least one monosubstituted succinic anhydride and/or at least one monosubstituted succinic acid and/or their salt products reaction. Compacted material, applications of compacted material, polymer composition, application of polymer composition, polymer product, product is also described.

EFFECT: technical result: a method of manufacturing materials suitable for incorporation into polymers, such as compositions of a thermoplastic polymer, through a continuous or batch process, and

the powder material to be introduced into the polymer can be well dispersed in a conventional single-screw extruder.

19 cl, 9 ex, 11 tbl

R U 2 6 7 8 0 6 7 C 2

R U 2 6 7 8 0 6 7 C 2

Настоящее изобретение относится к области обработки полимеров и, в частности, к способу изготовления уплотненного материала, который подходит для использования в полимерных композициях без стадии компаундирования, а также к уплотненному материалу, полученному этим способом, и к его применению в полимерных композициях.

5 Соединение включает приготовление пластмассовых составов путем смешивания и/или перемешивания полимеров и добавок в расплавленном состоянии. Существуют различные критические критерии для получения гомогенной смеси различных сырьевых материалов. Важными факторами являются дисперсионное и распределительное смешивание, а также тепло. Совместные месильные машины и двухшнековые экструдеры  
10 (с односторонним и обратным вращением), а также внутренние смесители являются наиболее часто используемыми аппаратами для интенсивного перемешивания в пластмассовой промышленности. Процесс компаундирования обычно включает стадии транспортировки, плавления, диспергирования, смешивания, дегазации и наращивания давления.

15 На протяжении десятилетий в промышленности термопластичной обработки используются добавки для получения модифицированных композиций термопластичных смол, которые в значительной степени вводятся в полимерные смолы с помощью технологий смешивания, требующих образования промежуточных продуктов, называемых маточными смесями, концентратами или соединениями.

20 Например, в WO95/17441 A1 раскрыт способ получения конечного продукта из термопластичной смолы, включающий получение термопластичных гранул для их смешивания с термопластичной смолой.

В WO 01/58988 A1 описан способ приготовления маточных смесей или концентратов минеральных наполнителей для получения высоконаполненных термопластичных  
25 материалов.

Однако, согласно этим документам, невозможно получить полимерный конечный продукт, имеющий хорошо диспергированные первичные порошковые смеси, в обычном одношнековом экструдере. Скорее, требуется производить промежуточный продукт, такой как маточная смесь или концентрат, то есть невозможно диспергировать мелкие  
30 первичные порошки на обычных одношнековых машинах без промежуточной стадии компаундирования.

В этом отношении другие документы, такие как WO 2007/066362 A1, описывают способ смешения и устройство только с одним входом для материала, в то время как другие, такие как EP 1 156 918 A1, WO 2005/108045 A2 или WO 2005/065067 A2, относятся  
35 к экструдерам или к элементам миксера.

WO 2010/150182 A1 раскрывает способ производства уплотненного материала с обработанной поверхностью, который подходит для использования в композициях термопластичных смол. Процесс, среди прочего, включает стадию смешивания  
40 первичного порошкового материала с расплавленной поверхностью обрабатываемого полимера, а первичный порошковый материал может быть выбран из органических или неорганических порошков.

Проблемой, которая может возникнуть с использованием неорганических порошков, таких как неорганические минеральные наполнители, является присутствие летучих веществ, связанных с минеральными наполнителями. Такие летучие вещества могут  
45 изменяться при температурах, достигаемых во время нанесения наполнителей, и могут приводить к ухудшению качества конечного минерал-содержащего полимерного продукта во время обработки таких продуктов, содержащих минеральный наполнитель. Более того, такие связанные летучие вещества могут приводить к снижению прочности

на растяжение и разрыв полимерного продукта и могут ухудшать его видимые аспекты, в частности, его видимую однородность. Летучие вещества также могут вызывать чрезмерное вспенивание расплава, заполненного минеральным наполнителем, во время стадии компаундирования, вызывая нежелательное накопление продукта при вакуумном экстрагировании и, следовательно, вызывая уменьшение скорости выхода.

Упомянутые летучие вещества могут, например, быть по своей природе ассоциированы с минеральным наполнителем («присущие летучие вещества») и особенно являться связанной водой и/или могут быть введены во время обработки минерального наполнителя («добавленные летучие вещества»), например, чтобы сделать минеральный наполнитель более диспергируемым в среде пластмассы. Кроме того, летучие вещества могут образовываться в результате реакции присущих органических материалов и/или добавленных органических материалов с минеральным наполнителем, тогда как такие реакции могут быть в особенности вызваны или усилены температурами, достигнутыми во время введения и/или обработки заполненного полимерного материала, например, во время процесса экструзии или компаундирования. Упомянутые летучие вещества могут также образовываться в результате разложения органических материалов и/или добавленных органических материалов, образуя фракции CO<sub>2</sub>, воду и, возможно, низкомолекулярные фракции этих органических материалов. Такое разрушение может быть в особенности вызвано или усилено температурами, достигаемыми во время введения и/или обработки полимерного материала, содержащего обработанный минеральный наполнитель, например, во время процесса экструзии или компаундирования.

Одним очевидным средством повышения температуры начала разложения летучих веществ и ограничения количества летучих веществ, связанных с порошковым материалом, например с минеральным наполнителем, является предотвращение или ограничение использования некоторых обычных присадок для обработки наполнителя.

Однако зачастую, как в случае, когда минеральный наполнитель вводится в материал пластмассы, такие добавки необходимы для обеспечения других функций. Например, для получения однородного барьера распределения и пропускания пара по всему полимерному продукту, такому как воздухопроницаемая пленка, требуется, чтобы наполнитель как можно более равномерно распределялся по всей пленке. Поэтому обычно вводят добавки, чтобы обеспечить минеральный наполнитель гидрофобным покрытием и улучшить диспергируемость минерального наполнителя в материале-прекурсоре полимерного продукта, а также, возможно, улучшить обрабатываемость этого материала-прекурсора и/или свойства конечных применяемых продуктов. Устранение таких добавок неприемлемо ухудшало бы качество получаемой пленки.

В области техники было предпринято несколько попыток улучшить применимость порошковых материалов и особенно минеральных наполнителей, содержащих карбонат кальция, например, путем обработки таких минеральных наполнителей с алифатическими карбоновыми кислотами и солями алифатической карбоновой кислоты, которые в некоторых случаях могут также называться жирными кислотами и солями жирных кислот. Например, WO 00/20336 относится к ультратонкому природному карбонату кальция, который может быть опционально обработан одной или несколькими жирными кислотами или одной или несколькими солями или их смесями, и который используется в качестве реологического регулятора для полимерных композиций. WO 2014/060286 A1 раскрывает процесс подготовки поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя янтарным ангидридом. Способ получения поверхностного реакционноспособного белого минерального материала,

содержащего, по меньшей мере, на части поверхности материала смесь эфиров фосфорной кислоты, раскрыт в WO 2014/128087 A1. Кроме того, делается ссылка на неопубликованную европейскую патентную заявку №14 181 082.0 этого заявителя.

5 Принимая во внимание вышесказанное, усовершенствование процессов получения добавок из порошковых материалов, которые пригодны для введения в полимерные композиции без необходимости каких-либо промежуточных стадий, остается интересным для специалиста.

Соответственно, первой целью настоящего изобретения является создание способа изготовления материалов, подходящих для включения в полимеры, таких как  
10 композиции термопластичного полимера, посредством непрерывного или периодического процесса, причем порошковый материал, который должен быть введен в полимер, может быть хорошо диспергирован в обычном одношнековом экструдере.

Другой целью настоящего изобретения является создание порошкового материала для такого процесса, который демонстрирует хорошие диспергирующие способности.  
15 Было бы также желательно создать порошковый материал, имеющий высокую термостойкость, и, таким образом, обеспечить более высокие температуры обработки во время производства полимерных продуктов. Кроме того, было бы желательно получить порошковый материал, который проявляет низкое поглощение влаги и, следовательно, уменьшает или устраняет проблему, встречающуюся со связанными  
20 летучими веществами, и особенно с водой. Было бы также желательно создать порошковый материал для вышеупомянутого способа, который может быть адаптирован к его поверхностным свойствам, например, к его гидрофобности. Кроме того, следует минимизировать риск вспенивания при производстве полимера или выщелачивания возможного поверхностного покрытия, особенно при контакте с кожей  
25 человека. Было бы также желательно обеспечить порошковый материал с повышенной загрузкой наполнителя и улучшенными технологическими свойствами.

Вышеупомянутые цели и другие цели решаются при помощи предмета изучения, определенного в независимых пунктах формулы изобретения.

В соответствии с одним аспектом настоящего изобретения предлагается способ  
30 получения уплотненного материала, включающий следующие стадии:

- a) обеспечение, по меньшей мере, одного порошкового материала,
- b) обеспечение полимерного связующего,
- c) одновременную или последовательную подачу, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии a) и полимерного связующего со стадии b) в  
35 высокоскоростной смеситель,
- d) смешивание, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии a) и полимерного связующего со стадии b) в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала и
- e) снижение температуры уплотненного материала, полученного на стадии d), ниже  
40 температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего, где, по меньшей мере, один порошковый материал содержит продукт из поверхностно-обработанного материала наполнителя, содержащего материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, и обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция,  
45 где обработанный слой содержит
- i) по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции и/или

ii) сложный эфир фосфорной кислоты или смесь одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

5 В соответствии с другим аспектом настоящего изобретения предлагается уплотненный материал, полученный способом согласно настоящему изобретению.

Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения предлагается использование уплотненного материала в соответствии с настоящим изобретением в качестве добавки к полимерным композициям.

10 Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения предлагается способ получения полимерной композиции, в котором уплотненный материал согласно настоящему изобретению добавляют, по меньшей мере, к одному полимеру, причем указанный, по меньшей мере, один полимер предпочтительно выбирают, по меньшей мере, из одного термопластичного полимера.

15 В соответствии с еще одним аспектом настоящего изобретения обеспечивается полимерная композиция, содержащая уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением, причем указанная полимерная композиция предпочтительно представляет собой термопластичную полимерную композицию.

20 Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения обеспечивается использование полимерной композиции в соответствии с настоящим изобретением в способе получения полимерного продукта, причем способ предпочтительно выбирается из способов обработки расплава и, более предпочтительно, выбирается из экструзии профилированных изделий, экструзии жгута, экструзии пленки, отливания в форму, намотки волокна, совместного замешивания или пултрузии.

25 Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения предлагается полимерный продукт, содержащий уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением и/или полимерная композиция в соответствии с настоящим изобретением, где продукт представляет собой волокно, предпочтительно коверное волокно, филаментную нить, нить, тканый материал, нетканый материал, пленку, предпочтительно пленку, получаемую экструзией с раздувом или воздухопроницаемую пленку, профиль, кабель  
30 или литой продукт.

Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения предоставляется изделие, содержащее полимерный продукт в соответствии с настоящим изобретением, в котором изделие выбрано из группы, состоящей из продуктов здравоохранения, изделий из геотекстиля, сельскохозяйственных продуктов, продуктов садоводства, одежды, обуви,  
35 товаров для багажа, товаров для дома, промышленных товаров, упаковочных изделий, строительных товаров, обивочных изделий, промышленной спецодежды, медицинских изделий, предметов домашнего обихода, защитных изделий, косметических средств, средств гигиены, материалов для фильтрации и строительных изделий.

40 Выгодные варианты способа осуществления настоящего изобретения определены здесь, а также в соответствующих подпунктах формулы изобретения.

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения материал-наполнитель, содержащий карбонат кальция, представляет собой природный измельченный карбонат кальция, осажденный карбонат кальция, поверхностно-модифицированный карбонат кальция или их смесь и, предпочтительно, природный  
45 измельченный карбонат кальция. В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения материал-наполнитель, содержащий карбонат кальция, имеет средневзвешенный размер частиц  $d_{50}$  от 0,05 до 10 мкм, предпочтительно от 0,1 до 7 мкм, более предпочтительно от 0,25 до 5 мкм и наиболее предпочтительно



от 0,5 до 4 мкм.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного группой, выбранной из линейной, разветвленной, алифатической и циклической группы, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C25 и, наиболее предпочтительно, от C4 до C20 в замещающей группе. Согласно другому варианту способа осуществления настоящего изобретения (I) один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, моноэтерифицированной одной молекулой спирта, выбранной из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и наиболее предпочтительно от C8 до C18 в спиртовом заместителе, и/или (II) из один или несколько диэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, диэтерифицированной двумя спиртовыми молекулами, выбранными из одинаковых или разных ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических жирных спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и наиболее предпочтительно от C8 до C18 спиртовой замещающей группе.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя содержит обработанный слой в количестве, по меньшей мере, 0,1 вес.% в расчете на общий сухой вес, по меньшей мере, одного материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, предпочтительно в количестве от 0,1 до 3 вес.%. В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один порошковый материал добавляют в количестве от 50 до 99 вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала, предпочтительно от 60 до 98 вес.%, более предпочтительно от 80 до 92 вес.%, и наиболее предпочтительно от 87 до 90 вес.%.

В соответствии с одним из вариантов, полимерное связующее имеет вращательную вязкость от 100 до 400000 мПа·с, предпочтительно от 1000 до 100000 мПа·с и более предпочтительно от 5000 до 50000 мПа·с при 190°C. Согласно другому варианту, полимерное связующее выбирают из группы, состоящей из полиолефинов, этиленовых сополимеров, например сополимеров этилена-1-октена, полипропиленов на основе металлоценов, гомополимеров или сополимеров полипропилена, предпочтительно, гомополимеров аморфного полипропилена и их комбинаций.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один термопластичный полимер выбран из группы, состоящей из гомополимеров и/или сополимеров полиолефинов, полиамидов, полистиролов, полиакрилатов, поливинилов, полиуретанов, галогенсодержащих полимеров, сложных полиэфиров, поликарбонатов и их смесей.

Следует понимать, что для целей настоящего изобретения следующие термины имеют следующие значения.

Для целей настоящего изобретения «уплотненный материал» представляет собой насыпной материал, состоящий из конгломерата из множества отдельных частиц, образующих материал со средним весовым размером частиц  $d_{50}$  в пределах от 10 мкм до 10 мм, измеренный с помощью ситового анализа, используя ситовую колонну Retsch AS 200 в соответствии со стандартом ISO 3310.

Используемый здесь термин «полимер» обычно включает гомополимеры и

сополимеры, такие как, например, блочные, привитые, нерегулярные и чередующиеся сополимеры, а также их смеси и их модификации. Полимер может представлять собой аморфный полимер, кристаллический полимер или полукристаллический полимер, то есть полимер, содержащий кристаллические и аморфные фракции. Степень

5 кристалличности указывается в процентах и может определяться методом дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC). Аморфный полимер может быть охарактеризован его температурой стеклования, а кристаллический полимер может быть охарактеризован его точкой плавления. Полукристаллический полимер может характеризоваться температурой стеклования и/или температурой плавления.

10 Термин «температура стеклования» в значении настоящего изобретения относится к температуре, при которой происходит переход из высокоэластического состояния в стеклообразное, который является обратимым переходом в аморфных материалах (или в аморфных областях в пределах полукристаллических материалов) из твердого и относительно хрупкого в расплавленное или высокоэластичное состояние. Температура

15 стеклования всегда ниже температуры плавления кристаллического состояния материала, если таковая существует. Термин «точка плавления» в значении настоящего изобретения относится к температуре, при которой твердое вещество изменяет свое состояние от твердого к жидкому при атмосферном давлении. В точке плавления твердая и жидкая фазы находятся в состоянии равновесия. Температура стеклования и

20 температура плавления определены методом ISO 11357 со скоростью нагрева 10°C/мин.

«Пленкой» в смысле настоящего изобретения является лист или слой материала, имеющий среднюю толщину, которая мала по сравнению с ее длиной и шириной. Например, термин «пленка» может относиться к листу или слою материала, имеющего

25 среднюю толщину менее 200 мкм, но более 1 мкм.

Используемый здесь термин «пленка, получаемая экструзией с раздувом» относится к пленке, полученной экструзией с раздувом. Указанный способ обычно включает в себя стадии экструдирования трубки расплавленного полимера через фильеру и

30 надувания в несколько раз от его первоначального диаметра с образованием тонкопленочного пузырька, который может быть сплюснен с образованием плоской пленки.

Термин «воздухопроницаемая пленка» в значении настоящего изобретения относится к полимерной пленке, которая позволяет пропускать газы и пары влаги, например, из-за присутствия микропор. «Воздухопроницаемость» воздухопроницаемой пленки может

35 быть измерена по ее скорости передачи водяных паров (WVTR), которая указана в г/(м<sup>2</sup>·день). Например, полимерная пленка может считаться «воздухопроницаемой», если она имеет WVTR, по меньшей мере, 1000 г/(м<sup>2</sup>·день). WVTR может быть определена с помощью измерительного устройства Lyssy L80-5000 в соответствии с ASTM E398.

40 В соответствии с настоящим изобретением выражение «высокая скорость» относительно высокоскоростного смесительного блока означает скорость по окружности в диапазоне от 5 до 80 м/с, предпочтительно от 10 до 50 м/с.

Скорость может зависеть от геометрии смесительного блока и камеры обработки, причем, например, более крупная камера для обработки может потребовать более

45 низкой скорости, чем меньшая обрабатывающая камера. Поскольку конструкция таких смесителей может варьироваться от производителя к производителю, высокоскоростные смесители обычно характеризуются круговыми скоростями кончиков лопастей или критериями Фруда. Критерий Фруда в перемешиваемой емкости регулирует формирование поверхности вихрей и определяется следующим образом:

$$Fr = \frac{R\omega^2}{g},$$

где R - радиус лопасти,  $\omega=2\pi n$  - угловая скорость, n является скоростью вращения,  $g=9,81 \text{ м/с}^2$  является ускорением свободного падения, и  $R\omega$  скорость кончика лопасти.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения выражение «высокая скорость», касающееся высокоскоростного смесителя, также означает значения критерия Фруда в диапазоне от 20 до 10000, предпочтительно от 20 до 2000.

Для целей настоящего изобретения термин «материал наполнителя, включающий карбонат кальция» относится к материалу, который состоит, по меньшей мере, из 80 вес.% карбоната кальция, рассчитанного на основании сухого веса материала наполнителя, включающего карбонат кальция.

«Натуральный измельченный карбонат кальция» (GCC) в значении настоящего изобретения представляет собой карбонат кальция, полученный из природных источников, таких как известняк, мрамор, доломит или мел, и обрабатываемый способом посредством влажной и/или сухой обработки, таким как измельчение, разделение на фильтре и/или фракционирование, например, при помощи циклона или сортировочной машины.

«Поверхностно-модифицированный карбонат кальция» в значении настоящего изобретения может включать продукт поверхностной реакции естественного материала или осажденного карбоната кальция, т.е. «карбонат кальция, подвергнутый поверхностной реакции». «Карбонат кальция, подвергнутый поверхностной реакции» представляет собой материал, содержащий карбонат кальция и нерастворимые, предпочтительно, по меньшей мере, частично кристаллические соли кальция анионов кислот на поверхности. Предпочтительно нерастворимая соль кальция простирается от поверхности, по меньшей мере, части карбоната кальция. Ионы кальция, образующие указанную, по меньшей мере, частично кристаллическую кальциевую соль указанного аниона, в значительной степени происходят из исходного карбоната кальция.

Поверхностно-модифицированные карбонаты кальция описаны, например, в патенте США 2012/0031576 A1, WO 2009/074492 A1, EP 2 264 109 A1, EP 2 070 991 A1, EP 2 264 108 A1, WO 00/39222 A1, WO 2004/083316 A1 или WO 2005/121257 A2.

Термин «поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя» в смысле настоящего изобретения относится к материалу наполнителя, включающему в себя карбонат кальция, который вступил в контакт с реагентом обработки поверхности, так чтобы получить слой покрытия, по крайней мере, на части поверхности материала наполнителя, включающего карбонат кальция.

Термин «янтарный ангидрид», также называемый дигидро-2,5-фурандион, ангидрид янтарной кислоты или сукцинилоксид, имеет молекулярную формулу  $C_4H_4O_3$  и является ангидридом янтарной кислоты.

Термин «монозамещенный янтарный ангидрид» в значении настоящего изобретения относится к янтарному ангидриду, в котором атом водорода замещен другой замещающей группой.

Термин «монозамещенная янтарная кислота» в значении настоящего изобретения относится к янтарной кислоте, в которой атом водорода замещен другой замещающей группой.

Термин «солевые продукты реакции, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида и/или по меньшей мере одной монозамещенной янтарной кислоты»

в значении настоящего изобретения относится к продуктам, полученным взаимодействием материала наполнителя, включающего карбонат кальция, с одним или несколькими монозамещенным янтарным ангидридом (ами). Указанные солевые продукты реакции образуются при реакции между монозамещенной янтарной кислотой, которая образуется из наносимого монозамещенного янтарного ангидрида, и реакционноспособными молекулами, расположенными на поверхности материала наполнителя, включающего карбонат кальция. Альтернативно, указанные солевые продукты реакции образуются между монозамещенной янтарной кислотой, которая может опционально присутствовать, по меньшей мере, с одним монозамещенным янтарным ангидридом и реакционноспособными молекулами, расположенными на поверхности материала наполнителя, включающего карбонат кальция.

Термин «моноэфир фосфорной кислоты» в значении настоящего изобретения относится к молекуле о-фосфорной кислоты, моноэтерифицированной одной молекулой спирта, выбранной из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе.

Термин «диэфир фосфорной кислоты» в смысле настоящего изобретения относится к молекуле о-фосфорной кислоты ди-этерифицированной двумя молекулами спирта, выбранными из одинаковых или различных, ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе.

Термин «солевые продукты реакции эфира фосфорной кислоты или смесь одного или нескольких моно-эфиров фосфорной кислоты, и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты» в значении настоящего изобретения относится к продуктам, полученным при взаимодействии материала наполнителя, включающего в себя карбонат кальция, с одним или несколькими моноэфирами фосфорной кислоты, и с одним или несколькими диэфирами фосфорной кислоты, и, опционально, с фосфорной кислотой. Указанные солевые продукты реакции образуются между нанесенным одним или несколькими моноэфирами фосфорной кислоты и одним или несколькими диэфирами фосфорной кислоты и, опционально, с фосфорной кислотой и реакционноспособными молекулами, расположенными на поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция.

Термин «сухой» относительно материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, понимается как наполнитель, имеющий менее 0,3 вес.% воды по отношению к весу материала наполнителя. Процент содержания % воды (равный «остаточной общей влажности») определяется в соответствии с кулонометрическим методом измерения по Карлу Фишеру, в котором материал наполнителя нагревается до 220°C, а содержание воды, выделяемой в виде пара, и отделенной с использованием потока газообразного азота (при 100 мл/мин), определяют в кулонометрической установке Карла Фишера.

Термин «восприимчивость к влагопоглощению» в смысле настоящего изобретения относится к количеству влаги, адсорбированной на поверхности порошкового материала или поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя, и может быть определен в мг влаги/г сухого порошка поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя после обработки атмосферой при относительной влажности

10 и 85%, соответственно, в течение 2,5 часов при температуре +23°C ( $\pm 2^\circ\text{C}$ ).

В настоящей заявке термин «температура начала разложения» определяется как температура, при которой летучие вещества, включая летучие вещества, вводимые в результате стадий приготовления обычного минерального наполнителя, включая  
5 измельчение, с добавками или без них, обогащение, с или без флотационной добавки или других реагентов, а также другие реагенты предварительной обработки, не перечисленные выше, обнаруженные в соответствии с термогравиметрическим анализом, описанным ниже, начинают выпускать газы, как показано на термогравиметрической кривой (TGA), вычерчивая массу оставшегося образца (ось  $y$ ) как функцию от  
10 температуры (ось  $x$ ), причем подготовка и интерпретация такой кривой определяются ниже.

Температура начала разложения летучих веществ может быть измерена при помощи термогравиметрического аналитического метода (TGA), который предоставляет информацию о потере массы и температуре начала разложения летучих веществ с  
15 большой точностью, что является общеизвестным; это, например, описано в «Принципах инструментального анализа», пятое издание, Skoog, Holler, Nieman, 1998 (первое издание 1992) в главе 31, страницы с 798 до 800 и во многих других общеизвестных ссылочных работах. В настоящем изобретении анализ TGA проводят с использованием Mettler Toledo TGA 851 на основе образца  $500 \pm 50$  мг и при температуре сканирования от 25 до  
20  $350^\circ\text{C}$  со скоростью  $20^\circ\text{C}/\text{мин}$  при потоке воздуха  $70$  мл/мин.

Квалифицированный специалист сможет определить «температуру начала разложения» путем анализа кривой TGA следующим образом: получена первая производная кривой TGA и определены точки перегиба на ней между  $150$  и  $350^\circ\text{C}$ . Из точек перегиба кривой, имеющих значение тангенциального наклона больше  $45^\circ$   
25 относительно горизонтальной линии, определяется точка с наименьшей связанной температурой выше  $200^\circ\text{C}$ . Значение температуры, связанное с этой самой низкой точкой перегиба, первой производной кривой температуры, является «температурой начала разложения».

«Общая летучесть», полученная на кривой TGA, определяется с помощью  
30 программного обеспечения Star<sup>®</sup> SW11.0. Используя это программное обеспечение, кривая сначала нормализуется относительно исходного веса образца, чтобы получить массовые потери в % значений относительно исходного образца. После этого выбирается диапазон температур  $25$  до  $350^\circ\text{C}$  и выбирается опция горизонтального шага (на немецком языке: опция «Stufe horizontal») для получения % потери массы в выбранном  
35 температурном диапазоне.

Для целей настоящей заявки «общие летучие вещества», связанные с порошковым материалом или с поверхностно-обработанным продуктом материала наполнителя, и выделяемые в температурном диапазоне от  $25$  до  $280^\circ\text{C}$ , характеризуются в соответствии с % потери массы порошкового материала или поверхностно-обработанного продукта  
40 материала наполнителя в температурном диапазоне, прочитанном на термогравиметрической кривой (TGA). «Общая летучесть», полученная на кривой TGA, определяется с помощью программного обеспечения Star<sup>®</sup> SW11.0. Используя это программное обеспечение, кривая сначала нормализуется относительно исходного  
45 веса образца, чтобы получить массовые потери в % значений относительно исходного образца. После этого выбирается диапазон температур  $25$  до  $350^\circ\text{C}$  и выбирается опция горизонтального шага (на немецком языке: опция «Stufe horizontal») для получения % потери массы в выбранном температурном диапазоне.

Термин «удельная площадь поверхности» (в  $\text{м}^2/\text{г}$ ) поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя или материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, в соответствии с настоящим изобретением определяется с использованием метода BET с азотом в качестве адсорбирующего газа, что является хорошо известным специалисту в этой области техники (ISO 9277:1995). Общая площадь поверхности (в  $\text{м}^2$ ) поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя или материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, затем вычисляется путем умножения удельной площади поверхности на массу (в г) поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя или материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, до начала обработки.

В настоящем документе «размер частиц» наполнителя, содержащего карбонат кальция, или других твердых материалов описывается по их распределению размеров частиц. Величина  $d_x$  представляет собой диаметр, относительно которого  $x\%$  по весу частиц имеют диаметры, меньшие, чем  $d_x$ . Это означает, что величина  $d_{20}$  представляет собой размер частиц, при котором 20 вес.% всех частиц меньше, а величина  $d_{98}$  представляет собой размер частиц, при котором 98 вес.% всех частиц меньше. Значение  $d_{98}$  также обозначается как «верхний срез». Значение  $d_{50}$ , является, таким образом, весовым средним размером частицы, т.е. 50 вес.% всех зерен крупнее, в то время как остальные 50 вес.% мельче, чем этот размер частиц. Для целей настоящего изобретения размер частицы определяется как весовой средний размер частицы  $d_{50}$ , если иное не указано особо. Для определения значения весового среднего размера частицы  $d_{50}$  или значения верхнего среза  $d_{98}$  могут быть использованы устройства Sedigraph 5100 или 5120 от компании Micromeritics, США. Этот метод и приборы известны специалисту в данной области техники и часто используются для определения размера зерна наполнителей и пигментов. Измерение осуществляется в 0,1 вес.% водном растворе  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ . Образцы диспергируют с использованием высокоскоростной мешалки и ультразвука.

Для целей настоящего изобретения термин «дтекс» относится к линейной плотности массы волокна и определяется как масса в граммах на 10 000 метров.

Для целей настоящего изобретения «содержание твердых веществ» в жидкой композиции является мерой количества материала, остающегося после испарения всего растворителя или воды.

«Суспензия» или «шлам» по смыслу настоящего изобретения включает в себя нерастворимые твердые вещества и воду и, опционально, дополнительные добавки и обычно содержит большое количество твердых веществ и, таким образом, являются более вязкими и могут иметь более высокую плотность, чем жидкость из которой они образуются.

«Порошковый материал» в значении настоящего изобретения содержит наполнитель, например, минеральный материал и/или пигмент. Предпочтительно, материал наполнителя составляет более 95 мас.% порошкового материала. Для целей настоящего изобретения «минеральный материал» представляет собой твердое вещество, имеющее определенный неорганический химический состав и характеристическую кристаллическую и/или аморфную структуру.

В тех случаях, когда термин «содержащий» используется в настоящем описании и в формуле изобретения, то он не исключает других неуказанных элементов, имеющих важное или маловажное функциональное значение. Для целей настоящего изобретения

термин «состоящий из» считается предпочтительным вариантом воплощения термина «содержащий». Если в дальнейшем группа определена как содержащая, по меньшей мере, определенное число вариантов способа осуществления настоящего изобретения, это также следует понимать как раскрытие группы, которая предпочтительно состоит

5

только из этих вариантов способов осуществления настоящего изобретения.  
Всякий раз, когда используются термины «включающий в себя» или «имеющий», эти термины призваны быть эквивалентами термина «содержащий», как определено выше.

10

Если для обозначения единственного существительного используется неопределенный или определенный артикль, например «а», «an» или «the», это включает множественное число этого существительного, если иное не указано особо.

15

Термины «получаемые» или «определяемые» и «полученные» или «определенные» используются взаимозаменяемо. Это, например, означает, что, если контекст явно не диктует иначе, термин «получен» не означает указания, что, например, вариант способа осуществления настоящего изобретения должен быть получен, например, последовательностью шагов после термина «получен», даже если такое ограниченное понимание всегда включено в термины «получены» или «определены» в качестве предпочтительного варианта способа осуществления настоящего изобретения.

20

Способ получения уплотненного материала включает следующие стадии: (а) получение, по меньшей мере, одного порошкового материала; (б) получение полимерного связующего; (с) одновременную или последовательную подачу, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадий (а) и (б) в высокоскоростной смеситель, (d) смешивание, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии (а) и полимерного связующего со стадии (б) в высокоскоростном смесителе до образования

уплотненного материала и (е) снижение температуры уплотненного материала, полученного на стадии (d) ниже температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего. По меньшей мере, один порошковый материал содержит поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя, содержащего материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, и обработанный слой, по меньшей мере,

на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция. Обработанный слой включает (i), по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции и/или (ii) сложный эфир фосфорной кислоты или смесь одного или более моноэфиров фосфорной кислоты и их солевые продукты реакции, и/

или один или несколько сложных диэфиров фосфорной кислоты и их солевые продукты реакции.

25

30

35

В следующих подробностях и предпочтительных вариантах способа осуществления настоящего изобретения будут изложены более подробно. Должно быть понятно, что эти технические детали и варианты способа осуществления настоящего изобретения также применимы к уплотненному материалу согласно настоящему изобретению, полученному в результате упомянутого способа, к применению заявленного уплотненного материала и композиций, продуктов и изделий, содержащих указанный уплотненный материал по настоящему изобретению.

По меньшей мере, один порошковый материал

На стадии а) способа по настоящему изобретению обеспечивается, по меньшей мере, один порошковый материал. По меньшей мере, один порошковый материал содержит поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя, содержащего материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, и обработанный слой, по меньшей мере,

на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, как определено в п. 1 формулы изобретения.

Материал наполнителя, содержащий карбонат кальция в значении настоящего изобретения, относится к материалу наполнителя, выбранному из карбоната кальция природного происхождения (GCC), осажденного карбоната кальция (PCC), поверхностно-модифицированного карбоната кальция (MCC) или их смесей. В соответствии с предпочтительным вариантом способа осуществления настоящего изобретения, наполнитель, содержащий карбонат кальция, представляет собой природный измельченный карбонат кальция (GCC).

Под термином GCC понимают природную форму карбоната кальция, который добывают из осадочных пород, таких как известняк или мел, из метаморфических мраморных пород, скорлуп или ракушек, и обрабатывают посредством обработки, такой как измельчение, сортирование и/или фракционирование во влажную и/или сухую форму, например, при помощи циклона или сортировочной машины. В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения GCC выбирают из группы, включающей в себя мрамор, мел, доломит, известняк и их смеси.

«Осажденный карбонат кальция» (PCC) по смыслу настоящего изобретения представляет собой синтезированный материал, обычно полученный осаждением после реакции диоксида углерода и извести в водной среде или путем осаждения источника ионов кальция и карбоната в воде или путем осаждения ионов кальция и карбоната, например  $\text{CaCl}_2$  и  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  из раствора. Дальнейшие возможные способы получения PCC - это процесс натронной извести или способ Сольвея, в котором PCC является побочным продуктом производства аммиака. Осажденный карбонат кальция существует в трех первичных кристаллических формах: кальцита, арагонита и ватерита, и для каждой из этих кристаллических форм существует много различных полиморфов (форм кристалла). Кальцит имеет тригональную структуру с типичными для кристалла формами, такими как скаленоэдрический (S-PCC), ромбоэдрический (R-PCC), гексагональный призматический, пинакоидный, коллоидный (C-PCC), кубический и призматический (P-PCC). Арагонит - орторомбическая структура с характерными для кристалла формами сдвоенных гексагональных призматических кристаллов, а также с разнообразным ассортиментом тонких вытянутых призматических, изогнутых лопаточных, крутых пирамидальных, зубилообразных кристаллов, ветвящихся деревьев и коралловых или червеобразных форм. Ватерит принадлежит к гексагональной кристаллической системе. Полученную суспензию PCC можно механически обезводить и высушить.

Поверхностно-модифицированный карбонат кальция может содержать GCC или PCC, подвергнутый поверхностной реакции. Карбонат кальция, подвергнутый поверхностной реакции, может быть получен путем получения GCC или PCC в форме водной суспензии и добавления кислоты к указанной суспензии. Подходящими кислотами являются, например, серная кислота, соляная кислота, фосфорная кислота, лимонная кислота, щавелевая кислота или их смесь. На следующей стадии карбонат кальция обрабатывают газообразным диоксидом углерода. Если на стадии кислотной обработки используют сильную кислоту, такую как серная кислота или соляная кислота, то диоксид углерода образуется автоматически на месте. В качестве альтернативы или дополнительно диоксид углерода может быть поставлен из внешнего источника.

Карбонаты кальция, подвергнутые поверхностной реакции описаны, например, в US 2012/0031576 A1, WO 2009/074492 A1, EP 2 264 109 A1, EP 2 070 991 A1, EP 2 264 108 A1, WO 00/39222 A1, WO 2004/083316 A1 или WO 2005/121257 A2.



В одном предпочтительном варианте способа осуществления настоящего изобретения материал-наполнитель, содержащий карбонат кальция, является мрамором.

В соответствии с одним из вариантов способа осуществления настоящего изобретения количество карбоната кальция в наполнителе, содержащем карбонат кальция, составляет по меньшей мере 80 вес.%, например, по меньшей мере, 95 вес.%, предпочтительно от 97 до 100 вес.%, более предпочтительно между 98,5 и наиболее предпочтительно 99,95 вес.%, в расчете на общую сухую массу наполнителя, содержащего карбонат кальция.

По меньшей мере, один материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, предпочтительно находится в форме материала в виде частиц и может иметь распределение частиц по размерам, которое обычно используется для материала (материалов), участвующего в типе продукта, который должен быть получен. В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения материал-наполнитель, содержащий карбонат кальция, имеет средневзвешенный размер частиц  $d_{50}$  от 0,05 до 10 мкм, предпочтительно от 0,1 до 7 мкм, более предпочтительно от 0,25 до 5 мкм и, наиболее предпочтительно, от 0,5 до 4 мкм.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, имеет верхний срез ( $d_{98}$ )  $\leq 15$  мкм, предпочтительно  $\leq 12,5$  мкм, более предпочтительно  $\leq 10$  мкм и, наиболее предпочтительно  $\leq 7,5$  мкм.

Согласно другому варианту способа осуществления настоящего изобретения материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, имеет удельную площадь поверхности по BET от 0,5 до 150 м<sup>2</sup>/г, предпочтительно от 0,5 до 50 м<sup>2</sup>/г, более предпочтительно от 0,5 до 35 м<sup>2</sup>/г и наиболее предпочтительно от 0,5 до 15 м<sup>2</sup>/г, как измерено с использованием азота и методом BET в соответствии с ISO 9277.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, имеет средневзвешенный размер частиц  $d_{50}$  от 0,05 до 10 мкм и/или верхний срез ( $d_{98}$ )  $\leq 15$  мкм и/или удельную площадь поверхности BET от 0,5 до 150 м<sup>2</sup>/г, измеренную с использованием азота и метода BET в соответствии с ISO 9277.

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения содержащий карбонат кальция материал-наполнитель преимущественно представляет собой мрамор, имеющий средневзвешенный размер частиц  $d_{50}$  от 0,05 до 10 мкм, предпочтительно от 0,1 до 7 мкм, более предпочтительно от 0,25 до 5 мкм и наиболее предпочтительно от 0,5 до 4 мкм. В этом случае, по меньшей мере, один материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, может иметь удельную площадь поверхности по BET от 0,5 до 150 м<sup>2</sup>/г, предпочтительно от 0,5 до 50 м<sup>2</sup>/г, более предпочтительно от 0,5 до 35 мкм<sup>2</sup>/г и, наиболее предпочтительно, от 0,5 до 15 м<sup>2</sup>/г, измеренной с использованием азота и методом BET в соответствии с ISO 9277.

Предпочтительно, чтобы материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, был сухого помола, был высушенным материалом мокрого помола или был смесью вышеупомянутых материалов. В общем, стадия измельчения может быть выполнена любым обычным измельчающим устройством, например, в таких условиях, когда измельчение, в основном, происходит в результате ударов со стороны вторичного тела, то есть в одном или нескольких из устройств: шаровой мельнице, трубчатой мельнице, вибрационной мельнице, вальцовой дробилке, турбинной мельнице, вертикальной шаровой мельнице, атриторной мельнице, штифтовой мельнице, молотковой дробилке,

истирающем устройстве, измельчителе, разгруппирователе, при помощи ножевидного режущего инструмента или в другом подобном оборудовании, известном специалисту в данной области техники.

В том случае, когда материал-наполнитель, содержащий карбонат кальция, представляет собой материал-наполнитель, содержащий карбонат кальция влажного помола, то этап измельчения может выполняться в условиях, при которых имеет место автогенное измельчение, и/или путем горизонтального измельчения в шаровой мельнице, и/или другими подобными способами, известными специалистам в данной области техники. Следует отметить, что те же методы измельчения могут использоваться для сухого помола материала наполнителя, содержащего карбонат кальция. Полученный таким образом влажный обработанный измельченный материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, может быть промыт и обезвожен известными способами, например, флокуляцией, фильтрованием или принудительным испарением перед сушкой. Последующая стадия сушки может быть проведена в одну стадию, такую как распылительная сушка, или, по меньшей мере, в две стадии, например, путем применения первой стадии нагревания к материалу наполнителя, содержащий карбонат кальция, для уменьшения связанного с ним влагосодержания до уровня, который не превышает примерно 0,5 вес.%, в пересчете на общий сухой вес материала наполнителя, содержащий карбонат кальция. Остаточную общую влажность наполнителя можно измерить методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру, десорбируя влагу в сушильном шкафу при 195°C и непрерывно подавая ее в кулонометр KF (кулонометрический титратор C30 фирмы Mettler Toledo для кулонометрии в сочетании с духовым шкафом Меттлера DO 0337) с использованием сухого N<sub>2</sub> при 100 мл/мин в течение 10 мин.

Содержание остаточной общей влаги может определяться с помощью калибровочной кривой, и также может приниматься во внимание заглушка 10 минутного потока газа без образца. Остаточное общее содержание влаги может быть дополнительно уменьшено путем применения второй стадии нагревания к материалу наполнителя, содержащему карбонат кальция. В случае, когда указанная сушка проводится при помощи более чем одной стадии сушки, первая стадия может быть проведена путем нагревания в горячем потоке воздуха, в то время как вторая и последующие этапы сушки предпочтительно выполняются путем косвенного нагрева, при котором атмосфера в соответствующем сосуде содержит реагент для обработки поверхности. Также обычным является то, что материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, подвергается стадии обогащения (такой как флотация, отбеливание или этап магнитного разделения) для удаления примесей.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, содержит материал наполнителя, содержащий карбонат кальция сухого помола. В другом предпочтительном варианте способа осуществления настоящего изобретения материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, представляет собой материал, подвергнутый мокрому помолу в горизонтальной шаровой мельнице, а затем высушенный с использованием хорошо известного процесса распылительной сушки.

В соответствии с настоящим изобретением материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, имеет остаточное содержание влаги  $\leq 1$  вес.% в расчете на общую сухую массу материала наполнителя, содержащего карбонат кальция. В зависимости от материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, имеет остаточное общее содержание влаги от 0,01 до 1 вес.%, предпочтительно от 0,01 до 0,2 вес.%, более предпочтительно от 0,02 до 0,15

вес. % и, наиболее предпочтительно, от 0,04 до 0,15 вес.%, в расчете на общую сухой вес материала наполнителя, содержащего карбонат кальция.

Например, в случае использования влажного помола и высушенного распылением мрамора в качестве материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, остаточное  
5 общее содержание влаги в материале наполнителя, содержащем карбонат кальция, предпочтительно составляет от 0,01 до 0,1 вес.%, более предпочтительно от 0,02 до 0,08 вес.%, и, наиболее предпочтительно, от 0,04 до 0,07 вес.%, в расчете на общий сухой вес материала наполнителя, содержащего карбонат кальция. Если в качестве материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, используют РСС, то остаточная общая  
10 влажность материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, предпочтительно составляет от 0,01 до 0,2 вес.%, более предпочтительно от 0,05 до 0,17 вес.%, и, наиболее предпочтительно, от 0,05 до 0,10 вес.% в расчете на общий сухой вес материала наполнителя, содержащего карбонат кальция.

Согласно настоящему изобретению поверхностно-обработанный продукт материала  
15 наполнителя дополнительно содержит обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, при этом обработанный слой содержит:

i) по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции и/  
20 или

ii) сложный эфир фосфорной кислоты или смесь одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения  
25 поверхностно обработанный продукт материала наполнителя содержит обработанный слой в количестве, по меньшей мере, 0,1 вес.% в расчете на общий сухой вес материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, предпочтительно в количестве от 0,1 до 3 вес.%.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения  
30 поверхностно обработанный материал наполнителя содержит обработанный слой в количестве от 0,1 до 2,5 вес.%, предпочтительно в количестве от 0,1 до 2 вес.%, более предпочтительно в количестве от 0,1 до 2 вес.%, более предпочтительно в количестве от 0,1 до 1,5 мас.%, еще более предпочтительно в количестве от 0,1 до 1 вес.% и, наиболее предпочтительно, в количестве от 0,2 до 0,8 вес.% в расчете на общую сухую массу  
35 материала наполнителя, содержащего карбонат кальция.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения обработанный слой находится на всей поверхности материала-наполнителя, содержащего карбонат кальция. Состав обработанного слоя и его конкретные варианты способа осуществления будут описаны более подробно ниже.

40 Поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя по настоящему изобретению имеет отличные характеристики поверхности по сравнению с минеральными наполнителями, обработанными жирными кислотами и/или солями жирных кислот, имеющими по меньшей мере 10 атомов углерода цепи, то есть без внедрения, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида и/или,  
45 по меньшей мере, одной монозамещенной янтарной кислоты и/или ее солевых продуктов реакции, или сложного эфира фосфорной кислоты, или смеси одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и/или одного или более диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продукты реакции.

В частности, понятно, что в соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя имеет температуру начала разложения летучих веществ  $\geq 250^{\circ}\text{C}$ , предпочтительно  $\geq 260^{\circ}\text{C}$  и, наиболее предпочтительно,  $\geq 270^{\circ}\text{C}$ .

5 Дополнительно или альтернативно, поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя может иметь общее количество летучих веществ между 25 и  $350^{\circ}\text{C}$  менее 0,25% и предпочтительно менее 0,23% по массе, например 0,04-0,21% по массе, предпочтительно от 0,08 до 0,15 мас.%, более предпочтительно от 0,1 до 0,12 мас.%.

Кроме того, поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя может  
10 характеризоваться низкой восприимчивостью к воде. Предпочтительно, чтобы восприимчивость к влагопоглощению поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя была такой, чтобы ее общий поверхностный уровень влажности составлял менее 1 мг/г сухого материала наполнителя, содержащего карбонат кальция при температуре примерно  $+23^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ). Например, поверхностно-обработанный продукт  
15 материала наполнителя имеет восприимчивость к влагопоглощению от 0,1 до 1 мг/г, более предпочтительно от 0,2 до 0,9 мг/г; и, наиболее предпочтительно, от 0,2 до 0,8 мг/г от сухого материала, содержащего карбонат кальция, при температуре  $+23^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ).

Дополнительно или альтернативно, поверхностно-обработанный продукт материала  
20 наполнителя может иметь гидрофильность при объемном соотношении вода/этанол ниже 8:2, измеренную при  $+23^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ), с использованием метода седиментации. Например, поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя может иметь гидрофильность при объемном соотношении вода/этанол ниже 7:3 при температуре  $+23^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) с использованием метода седиментации.

25 В дополнение к вышеупомянутым предпочтительным поверхностным характеристикам химическая структура обработанного слоя поверхностно-обработанного продукта материала наполнителя позволяет настраивать или подгонять поверхностные свойства наполнителя по отношению к предполагаемой области применения. Например, гидрофобность или гидрофильность продукта поверхностно-  
30 обработанного продукта материала наполнителя можно варьировать путем введения в обработанный слой более гидрофобных или гидрофильных заместителей, то есть, по меньшей мере, в один монозамещенный янтарный ангидрид, и/или, по меньшей мере, в одну монозамещенную янтарную кислоту, и/или в их солевые продукты реакции, или в сложный эфир фосфорной кислоты, или в смесь одного или нескольких моноэфиров  
35 фосфорной кислоты, и в их солевые продукты реакции, и/или в один или несколько сложных диэфиров фосфорной кислоты, и в их солевые продукты реакции. Поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя, используемый в способе по настоящему изобретению, также имеет то преимущество, что он имеет улучшенную термическую стабильность по сравнению с материалами наполнителя, которые были  
40 поверхностно обработаны алифатическими карбоновыми кислотами или их солями. Хотя минеральные наполнители, обработанные жирными кислотами и/или жирнокислотными солями, имеющими, по меньшей мере, 10 атомов углерода цепи, как правило, не являются термически стабильными при температуре выше  $230^{\circ}\text{C}$ , поверхностно-обработанные продукты материала наполнителя, используемые в способе  
45 по настоящему изобретению, являются термически стабильными при температурах выше  $230^{\circ}\text{C}$ , например, до температур  $250^{\circ}\text{C}$ ,  $270^{\circ}\text{C}$  или  $290^{\circ}\text{C}$ .

Способы получения поверхностно-обработанных продуктов материала наполнителя описаны в WO 2014/060286 A1 и WO 2014/128087 A1.

В дополнение к поверхностно-обработанному продукту материала наполнителя, по крайней мере, один порошковый материал, может включать дополнительные неорганические порошки и/или органические порошки.

Дополнительный неорганический порошок может быть выбран из группы, включающей природный измельченный карбонат кальция (GCC); осажденный карбонат кальция (PCC); минералы, содержащие карбонат кальция, такие как доломит, наполнители на смешанной карбонатной основе, такие как кальций, связанные с магниемсодержащим минералом, таким как тальк, или с глиной; слюдой; и их смеси, такие как смеси талька-кальция карбоната, или карбоната кальция-каолина, или смеси природного измельченного карбоната кальция с гидроксидом алюминия, слюдой или синтетическими или натуральными волокнами или совместные структуры минералов, такие как тальк-карбонат кальция или тальк-диоксид титана. Дополнительный органический порошок может быть выбран из группы, включающей древесную муку, модифицированный крахмал и их смеси. Дополнительные неорганические порошки и/или органические порошки также можно подвергать поверхностной обработке, например, жирными кислотами, такими как стеариновая кислота или пальмитиновая кислота.

В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один порошковый материал добавляют в количестве от 50 до 99 вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала, предпочтительно от 60 до 98 вес.%, более предпочтительно от 80 до 92 вес.%, и наиболее предпочтительно от 87 до 90 вес.%.

Обработанный слой i)

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя содержит обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, где обработанный слой содержит, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции.

Понятно, что выражение «по меньшей мере, один» монозамещенный янтарный ангидрид означает, что в способе по настоящему изобретению может быть предусмотрен один или несколько видов монозамещенного янтарного ангидрида.

Соответственно, следует отметить, что, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид может быть одним видом монозамещенного янтарного ангидрида. Альтернативно, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид может быть смесью двух или более видов монозамещенного янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид может быть смесью двух или трех видов монозамещенного янтарного ангидрида, как и два вида монозамещенного янтарного ангидрида.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид является одним видом монозамещенного янтарного ангидрида.

Понятно, что, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой реагент для обработки поверхности и состоит из янтарного ангидрида с монозамещенной группой, выбранной из любой линейной, разветвленной, алифатической и циклической группы, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30 в замещающей группе.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей

мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного группой, выбранной из линейной, разветвленной, алифатической и циклической группы, имеющей общее количество атомов углерода от C3 до C20 в замещающей группе. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного группой, выбранной из линейной, разветвленной, алифатической и циклической группы, имеющей общее количество углеродных атомов от C4 до C18 в замещающей группе.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного одной группой, являющейся линейной и алифатической группой, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C4 до C18 в замещающей группе. Дополнительно или альтернативно, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного одной группой, являющейся разветвленной и алифатической группой, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и наиболее предпочтительно из C4-C18 в замещающей группе.

Таким образом, предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоял из янтарного ангидрида, монозамещенного одной группой, линейной или разветвленной алкильной группой, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C4 до C18 в замещающей группе.

Например, по меньшей мере один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного одной группой, линейной алкильной группой, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C4 до C18 в замещающей группе. Дополнительно или альтернативно, по меньшей мере один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного одной группой, являющейся разветвленной алкильной группой, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и наиболее предпочтительно из C4-C18 в замещающей группе.

Термин «алкил» в значении настоящего изобретения относится к линейному или разветвленному насыщенному органическому соединению, состоящему из углерода и водорода. Другими словами, «алкилмонозамещенные янтарные ангидриды» состоят из неразветвленных или разветвленных насыщенных углеводородных цепей, содержащих боковую группу янтарного ангидрида.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой, по меньшей мере, один линейный или разветвленный алкилмонозамещенный янтарный ангидрид.

Например, по меньшей мере один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из группы, включающей этил-янтарный ангидрид, пропил-янтарный ангидрид, бутил-янтарный ангидрид, триизобутил-янтарный ангидрид, пентил-янтарный ангидрид, гексил-янтарный ангидрид, гептил-янтарный ангидрид, октил-янтарный ангидрид, нонил-янтарный ангидрид, децил-янтарный ангидрид, додецил-янтарный ангидрид, гексадеканиловый янтарный ангидрид, октадеканиловый янтарный ангидрид и их смеси.

Соответственно, понятно, что, например, термин «бутил-янтарный ангидрид» включает линейный и разветвленный бутил-янтарный ангидрид(ы). Одним конкретным

примером линейного бутил-янтарного ангидрида(ов) является н-бутил-янтарный ангидрид. Конкретными примерами разветвленного бутил-янтарного ангидрида(ов) являются изобутил-янтарный ангидрид, втор-бутил-янтарный ангидрид и/или трет-бутил-янтарный ангидрид.

5 Кроме того, понятно, что, например, термин «гексадеканил-янтарный ангидрид» включает линейный и разветвленный гексадеканил-янтарный ангидрид(ы). Одним конкретным примером линейного гексадеканил-янтарного ангидрида(ов) является н-гексадеканил-янтарный ангидрид. Конкретными примерами разветвленного гексадеканил-янтарного ангидрида являются 14-метилпентадеканил янтарный ангидрид,  
 10 13-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 12-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 11-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 10-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 9-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 8-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 7-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 6-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 5-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 4-метилпентадеканил янтарный ангидрид,  
 15 3-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 2-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 1-метилпентадеканил янтарный ангидрид, 13-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 12-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 11-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 10-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 9-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 8-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 7-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 6-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 5-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 4-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 3-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 2-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 1-этилбутадеканил янтарный ангидрид, 2-бутилдодеканил янтарный ангидрид, 1-гексилдеканил янтарный ангидрид, 1-гексил-2-деканил янтарный ангидрид, 2-гексилдеканил янтарный ангидрид, 6,12-  
 25 диметилбутадеканил янтарный ангидрид, 2,2-диэтилдодеканил янтарный ангидрид, 4,8,12-триметилтридеканил янтарный ангидрид, 2,2,4,6,8-пентаметилундеканил янтарный ангидрид, 2-этил-4-метил-2-(2-метилпентил)-гептил янтарный ангидрид и/или 2-этил-4,6-диметил-2-пропилнонил янтарный ангидрид.

Кроме того, понятно, что, например, термин «октадеканиловый янтарный ангидрид»  
 30 включает линейный и разветвленный октадеканиловый янтарный ангидрид(ы). Одним конкретным примером линейного октадеканилового янтарного ангидрида является н-октадеканил-янтарный ангидрид. Конкретными примерами разветвленного гексадеканилового янтарного ангидрида(ов) являются 16 метилгептадеканил янтарный ангидрид, 15-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 14-метилгептадеканил янтарный ангидрид,  
 35 13-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 12-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 11-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 10-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 9-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 8-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 7-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 6-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 5-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 4-метилгептадеканил янтарный ангидрид,  
 40 3-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 2-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 1-метилгептадеканил янтарный ангидрид, 14-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 13-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 12-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 11-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 10-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 9-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 8-этилгексадеканил янтарный ангидрид,  
 45 7-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 6-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 5-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 4-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 3-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 2-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 1-этилгексадеканил янтарный ангидрид, 2-гексилдодеканил янтарный

ангидрид, 2-гептилундеканил янтарный ангидрид, изо-октадеканил янтарный ангидрид и/или 1-октил-2-деканил янтарный ангидрид.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из группы, включающей  
5 бутил-янтарный ангидрид, гексил-янтарный ангидрид, гептил-янтарный ангидрид, октил-янтарный ангидрид, гексадеканил-янтарный ангидрид, октадеканил-янтарный ангидрид и их смеси.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид является одним видом  
10 монозамещенного янтарного ангидрида. Например, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой бутил-янтарный ангидрид. Альтернативно, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой гексил-янтарный ангидрид. Альтернативно, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой гептил-янтарный ангидрид или октил-янтарный ангидрид. Альтернативно, один  
15 алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой гексадеканил-янтарный ангидрид. Например, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный гексадеканил-янтарный ангидрид, такой как n-гексадеканил-янтарный ангидрид или разветвленный гексадеканил-янтарный ангидрид, такой как 1-гексил-2-деканил янтарный ангидрид. Альтернативно, один алкилмонозамещенный янтарный  
20 ангидрид представляет собой октадеканил-янтарный ангидрид. Например, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный октадеканил-янтарный ангидрид, такой как n-октадеканил-янтарный ангидрид или разветвленный октадеканил-янтарный ангидрид, такой как изо-октадеканил-янтарный ангидрид или 1-октил-2-деканил-янтарный ангидрид.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один  
25 алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой бутил-янтарный ангидрид, такой как n-бутил-янтарный ангидрид.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или  
30 более видов алкилмонозамещенных янтарных ангидридов. Альтернативно, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид может быть смесью двух или более видов монозамещенного янтарного ангидрида.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида,  
35 монозамещенного одной группой, являющейся линейной или разветвленной алкенильной группой, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и наиболее предпочтительно от C4 до C18 в замещающей группе.

Термин «алкенил» в смысле настоящего изобретения относится к линейному или разветвленному, ненасыщенному органическому соединению, состоящему из углерода  
40 и водорода. Указанное органическое соединение дополнительно содержит, по меньшей мере, одну двойную связь в замещающей группе, предпочтительно одну двойную связь. Другими словами, «алкенил монозамещенные янтарные ангидриды» состоят из линейных или разветвленных ненасыщенных углеводородных цепей, содержащих боковую группу янтарного ангидрида. Понятно, что термин «алкенил» в значении настоящего  
45 изобретения включает цис- и транс-изомеры.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой, по меньшей мере, один линейный или разветвленный алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид.



Например, по меньшей мере, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из группы, включающей в себя этенил-янтарный ангидрид, пропенил-янтарный ангидрид, бутенил-янтарный ангидрид, триизобутенил-янтарный ангидрид, пентенил-янтарный ангидрид, гексенил-янтарный ангидрид, гептенил-янтарный ангидрид, ноненил-янтарный ангидрид, деценил-янтарный ангидрид, додеценил-янтарный ангидрид, гексадеценил-янтарный ангидрид, октадеценил-янтарный ангидрид и их смеси.

Соответственно, понятно, что, например, термин «гексадеценил-янтарный ангидрид» включает линейный и разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид(ы). Одним конкретным примером линейного гексадеценил-янтарного ангидрида(ов) является н-гексадеценил янтарный ангидрид, такой как 14-гексадеценил-янтарный ангидрид, 13-гексадеценил-янтарный ангидрид, 12-гексадеценил-янтарный ангидрид, 11-гексадеценил-янтарный ангидрид, 10-гексадеценил-янтарный ангидрид, 9 гексадеценил-янтарный ангидрид, 8-гексадеценил-янтарный ангидрид, 7-гексадеценил-янтарный ангидрид, 6-гексадеценил-янтарный ангидрид, 5-гексадеценил-янтарный ангидрид, 4-гексадеценил-янтарный ангидрид, 3-гексадеценил-янтарный ангидрид и/или 2-гексадеценил-янтарный ангидрид. Конкретными примерами разветвленного гексадеценил-янтарного ангидрида (ов) являются 14-метил-9-пентадеценил-янтарный ангидрид, 14-метил-2-пентадеценил-янтарный ангидрид, 1-гексил-2-деценил-янтарный ангидрид и/или изогексадеценил-янтарный ангидрид.

Кроме того, понятно, что, например, термин «октадеценил-янтарный ангидрид» включает в себя линейный и разветвленный октадеценил янтарный ангидрид(ы). Одним конкретным примером линейного октадеценил-янтарного ангидрида (ов) является н-октадеценил-янтарный ангидрид, такой как 16-октадеценил-янтарный ангидрид, 15-октадеценил янтарный ангидрид, 14-октадеценил-янтарный ангидрид, 13-октадеценил-янтарный ангидрид, 12-октадеценил-янтарный ангидрид, 11-октадеценил-янтарный ангидрид, 10-октадеценил-янтарный ангидрид, 9-октадеценил-янтарный ангидрид, 8-октадеценил янтарный ангидрид, 7-октадеценил-янтарный ангидрид, 6-октадеценил-янтарный ангидрид, 5-октадеценил-янтарный ангидрид, 4-октадеценил-янтарный ангидрид, 3-октадеценил-янтарный ангидрид и/или 2-октадеценил-янтарный ангидрид. Конкретными примерами разветвленного октадеценил-янтарного ангидрида(ов) являются 16-метил-9-гептадеценил-янтарный ангидрид, 16-метил-7-гептадеценил-янтарный ангидрид, 1- октил-2-деценил-янтарный ангидрид и/или изооктадеценил-янтарный ангидрид.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из группы, включающей гексенил-янтарный ангидрид, октенил-янтарный ангидрид, гексадеценил-янтарный ангидрид, октадеценил-янтарный ангидрид и их смеси.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид. Например, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой гексенил-янтарный ангидрид. Альтернативно, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой октенил-янтарный ангидрид. Альтернативно, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой гексадеценил-янтарный ангидрид. Например, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный гексадеценил-янтарный ангидрид, такой как н-гексадеценил-янтарный ангидрид или разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид, такой как 1-гексил-2-деценил-янтарный

ангидрид. Альтернативно, один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой октадеценил-янтарный ангидрид. Например, один алкилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный октадеценил-янтарный ангидрид, такой как *n*-октадеценил-янтарный ангидрид или разветвленный октадеценил-янтарный ангидрид, такой как изооктадеценил-янтарный ангидрид или 1-октил-2-деценил-янтарный ангидрид.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный октадеценил-янтарный ангидрид, такой как *n*-октадеценил-янтарный ангидрид. В другом варианте способа осуществления настоящего изобретения один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид является линейным октенил-янтарным ангидридом, таким как *n*-октенил-янтарный ангидрид.

Если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид, следует понимать, что один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид присутствует в количестве  $\geq 95$  вес.%, и, предпочтительно  $\geq 96,5$  вес.%, в расчете на общий вес, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов. Альтернативно, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид может быть смесью двух или более видов алкенилмонозамещенного янтарного ангидрида.

Если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, то один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный или разветвленный октадеценил янтарный ангидрид, тогда как каждый дополнительный алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из этенил-янтарного ангидрида, пропенил-янтарного ангидрида, бутенил-янтарного ангидрида, гексенил-янтарного ангидрида, гептенил-янтарного ангидрида, ноненил-янтарного ангидрида, гексадеценил-янтарного ангидрида и их смесей. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, где один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой линейный октадеценил-янтарный ангидрид и каждый дополнительный алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из этенил-янтарного ангидрида, пропенил-янтарного ангидрида, бутенил-янтарного ангидрида, пентенил-янтарного ангидрида, гексенил-янтарного ангидрида, гептенил-янтарного ангидрида, ноненил-янтарного ангидрида, гексадеценил-янтарного ангидрида и их смесей. Альтернативно, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, где один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид представляет собой разветвленный октадеценил-янтарный ангидрид, и каждый дополнительный алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид выбран из этенил-янтарного ангидрида, пропенил-янтарного ангидрида, бутенил-янтарного ангидрида, пентенил-янтарного ангидрида, гексенил-янтарного ангидрида, гептенил-янтарного ангидрида, ноненил-янтарного ангидрида, гексадеценил-янтарного ангидрида и их смесей.

Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов,

содержащих один или несколько гексадеценил-янтарных ангидридов, таких как линейный или разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид(ы), и один или более октадеценил-янтарный ангидрид, такой как линейный или разветвленный октадеценил-янтарный ангидрид(ы).

5 В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, содержащих линейный гексадеценил-янтарный ангидрид(ы) и линейный октадеценил-янтарный ангидрид(ы). Альтернативно, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид  
10 представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, включающих разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид(ы) и разветвленный октадеценил-янтарный ангидрид(ы). Например, один или более гексадеценил-янтарный ангидрид представляет собой линейный гексадеценил-янтарный ангидрид, такой как гексадеценил-янтарный ангидрид и/или разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид, такой как 1-гексил-2-деценил-янтарный ангидрид. Дополнительно или альтернативно один или несколько октадеценил-янтарных ангидридов представляют собой линейный октадеценил янтарный ангидрид, такой как n-октадеценил-янтарный ангидрид и/или разветвленный октадеценил-янтарный ангидрид, такой как изооктадеценил-янтарный ангидрид и/или 1-октил-2-деценил-янтарный ангидрид.

20 Если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, то следует понимать, что один алкенилмонозамещенный янтарный ангидрид присутствует в количестве от 20 до 60 вес.% и, предпочтительно, от 30 до 50 вес.% в расчете на общую массу, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида.

25 Например, если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь двух или более видов алкенилмонозамещенных янтарных ангидридов, содержащих один или более гексадеценильных янтарных ангидридов, таких как линейный или разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид(ы), и один или несколько октадеценил-янтарных ангидридов, таких как линейный или  
30 разветвленный гексадеценил-янтарный ангидрид(ы), предпочтительно, чтобы один или несколько октадеценил-янтарных ангидридов присутствовал в количестве от 20 до 60 вес.%, и, предпочтительно, от 30 до 50 вес.% в расчете на общую массу, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида.

Также понятно, что, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид  
35 может быть смесью, по меньшей мере, одного алкилмонозамещенного янтарного ангидрида и, по меньшей мере, одного алкенилмонозамещенного янтарного ангидрида.

Если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь, по меньшей мере, одного алкилмонозамещенного янтарного ангидрида и, по меньшей мере, одного алкенилмонозамещенного янтарного ангидрида, то следует  
40 понимать, что алкильная замещающая группа, по меньшей мере, одного алкилмонозамещенного янтарного ангидрида и алкенильная замещающая группа, по меньшей мере, одного алкенильного монозамещенного янтарного ангидрида предпочтительно являются одинаковыми. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь этил-янтарного ангидрида и этенил-янтарного ангидрида. В качестве альтернативы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь пропил-янтарного ангидрида и пропенил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь бутил-янтарного

ангидрида и бутенил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь триизобутил-янтарного ангидрида и триизобутенил-янтарного ангидрида. В качестве альтернативы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь пентил-янтарного ангидрида и пентенил-янтарного ангидрида. В качестве альтернативы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь гексил-янтарного ангидрида и гексенил-янтарного ангидрида. В качестве альтернативы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь гептил-янтарного ангидрида и гептенил-янтарного ангидрида. В качестве альтернативы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь октил-янтарного ангидрида и октенил-янтарного ангидрида. В качестве альтернативы, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь нонил-янтарного ангидрида и ноненил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь децил-янтарного ангидрида и деценил-янтарного ангидрида.

Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь додецил-янтарного ангидрида и додеценил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь гексадканил-янтарного ангидрида и гексадеценил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь линейного гексадеканил-янтарного ангидрида и линейного гексадеценил-янтарного ангидрида или смесь разветвленного гексадеканил-янтарного ангидрида и разветвленного гексадеценил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь октадеканил-янтарного ангидрида и октадеценил-янтарного ангидрида. Например, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь линейного октадеканил-янтарного ангидрида и линейного октадеценил-янтарного ангидрида или смесь разветвленного октадеканил-янтарного ангидрида и разветвленного октадеценил-янтарного ангидрида.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь нонил-янтарного ангидрида и ноненил-янтарного ангидрида.

Если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид представляет собой смесь, по меньшей мере, одного алкилмонозамещенного янтарного ангидрида и, по меньшей мере, одного алкенилмонозамещенного янтарного ангидрида, то массовое соотношение между, по меньшей мере, одним алкилмонозамещенным янтарным ангидридом и, по меньшей мере, одним алкенилмонозамещенным янтарным ангидридом находится между 90:10 и 10:90 (вес.%/вес.%). Например, весовое соотношение между, по меньшей мере, одним алкилмонозамещенным янтарным ангидридом и, по меньшей мере, одним алкенилмонозамещенным янтарным ангидридом составляет от 70:30 до 30:70 (вес.%/вес.%) или между 60:40 и 40:60 (вес.%/вес.%).

Понятно, что выражение «по меньшей мере, одна» монозамещенная янтарная кислота означает, что в способе по настоящему изобретению может быть предусмотрен один или несколько видов монозамещенной янтарной кислоты.

Соответственно, следует отметить, что, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота может быть одним видом монозамещенной янтарной кислоты. Альтернативно, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота может быть смесью двух или более видов монозамещенной янтарной кислоты. Например, по

меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота может быть смесью двух или трех видов монозамещенной янтарной кислоты, как и двух видов монозамещенной янтарной кислоты.

5 В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота представляет собой один вид монозамещенной янтарной кислоты.

Понятно, что, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота представляет собой реагент для обработки поверхности и состоит из янтарной кислоты с монозамещенной группой, выбранной из любой линейной, разветвленной,  
10 алифатической и циклической группы, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30 в замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота состоит из янтарной кислоты, монозамещенной группой, выбранной из линейной, разветвленной, алифатической и  
15 циклической группы, имеющей общее количество атомов углерода от C3 до C20 в замещающей группе. Например, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота состоит из янтарной кислоты, монозамещенной группой, выбранной из линейной, разветвленной, алифатической и циклической группы, имеющей общее количество углеродных атомов от C4 до C18 в замещающей группе.

20 Понятно, что, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота могут содержать одинаковые или различные замещающие группы.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения молекула янтарной кислоты, по меньшей мере, одной монозамещенной янтарной кислоты и  
25 молекула янтарного ангидрида, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида монозамещена одной и той же группой, выбранной из любых линейных, разветвленных, алифатических и циклических групп, имеющих общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C4 до C18 в замещающей группе.

30 Если, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид предоставляется в комбинации, по меньшей мере, с одной монозамещенной янтарной кислотой, то по меньшей мере одна монозамещенная янтарная кислота присутствует в количестве  $\leq 10$  мол.%, в расчете на молярную сумму, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида и, по меньшей мере, одной монозамещенной янтарной кислоты.  
35 Например, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная кислота присутствует в количестве  $\leq 5$  мол.%, предпочтительно  $\leq 2,5$  мол.% и, наиболее предпочтительно,  $\leq 1$  мол.%, в расчете на молярную сумму, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида и, по меньшей мере, одной монозамещенной янтарной кислоты.

Согласно одному из вариантов способа осуществления настоящего изобретения  
40 солевой продукт(ы) реакции монозамещенной янтарной кислоты и/или, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида представляет собой одну или несколько их солей кальция и/или магния.

В соответствии с одним из вариантов способа осуществления настоящего изобретения солевой продукт(ы) реакции монозамещенной янтарной кислоты и/или, по меньшей  
45 мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида, образованного, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, представляют собой одну или несколько солей кальция и/или одну или нескольких солей магния.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения молярное отношение, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида и, опционально, по меньшей мере одной монозамещенной янтарной кислоты к их солевому продукту (продуктам) реакции составляет от 99,9:0,1 до 0,1: 99,9, предпочтительно от 5 70:30 до 90:10.

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения обработанный слой дополнительно содержит органический материал, такой как полисилоксан.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения 10 поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя содержит и предпочтительно состоит из материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, и обработанного слоя, содержащего, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевой продукт (продукты) реакции. Обработанный слой формируют, по меньшей 15 мере, на части поверхности, предпочтительно на всей поверхности, материала наполнителя, содержащего карбонат кальция.

В том случае, когда обработанный слой на поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту, то предпочтительно, чтобы, по меньшей мере, одна монозамещенная 20 янтарная кислота была образована из нанесенного, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида. То есть, замещающая группа, по меньшей мере, одной монозамещенной янтарной кислоты и замещающая группа, по меньшей мере, одного монозамещенного янтарного ангидрида являются одинаковыми.

Дополнительно или альтернативно, по меньшей мере, одна монозамещенная янтарная 25 кислота поставляется в смеси вместе, по меньшей мере, с одним монозамещенным янтарным ангидридом.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения обрабатывающий слой, сформированный на поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и по 30 меньшей мере одну монозамещенную янтарную кислоту или их солевой продукт(ы) реакции, полученный при взаимодействии материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, по меньшей мере, с одним монозамещенным янтарным ангидридом и опционально, по меньшей мере, с одной монозамещенной янтарной кислотой. Альтернативно, обработанный слой, сформированный на поверхности материала 35 наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и солевой продукт (продукты) их реакции, полученные при взаимодействии материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, по меньшей мере, с одним монозамещенным янтарным ангидридом и, опционально, по меньшей 40 мере, с одной монозамещенной янтарной кислотой.

Обработанный слой ii)

В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя содержит обработанный 45 слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, при этом обработанный слой содержит сложный эфир фосфорной кислоты или смесь одного или более моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Согласно еще одному варианту способа осуществления настоящего изобретения поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя содержит обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала-наполнителя, содержащего карбонат кальция, причем обработанный слой содержит, по меньшей мере, один  
5 монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции и сложный эфир фосфорной кислоты или смесь одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

10 Алкиловые эфиры фосфорной кислоты хорошо известны в промышленности, особенно в качестве поверхностно-активных веществ, смазок и антистатиков (Die Tenside, Kosswig und Stache, Carl Hanser Verlag München, 1993).

Синтез сложных алкиловых эфиров фосфорной кислоты различными способами и поверхностная обработка минералов алкилэфирами фосфорной кислоты хорошо  
15 известны специалистам, например, из работы "Пестицидные составы и системы нанесения": 15-ый том; Collins NM, Hall FR, Hopkinson M, STP1268; опубликовано: 1996, США 3897519, США 4921990 А, США 4350645 А, США 6710199 В2, США 4126650 А, США 5554781 А, EP 1092000 В1 и WO 2008/023076 А1.

Понятно, что выражение «один или более» моноэфир фосфорной кислоты означает,  
20 что один или несколько видов моноэфира фосфорной кислоты могут присутствовать в смеси сложного эфира фосфорной кислоты.

Соответственно, следует отметить, что один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты могут быть одним видом моноэфира фосфорной кислоты. Альтернативно,  
25 один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты могут быть смесью двух или более видов моноэфира фосфорной кислоты. Например, один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты могут быть смесью двух или трех видов моноэфира фосфорной кислоты, как два типа моноэфира фосфорной кислоты.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько сложных моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной  
30 кислоты, этерифицированной одним спиртом, выбранным из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Например, один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты состоит из  
35 молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной одним спиртом, выбранным из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и наиболее предпочтительно от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или  
40 несколько моноэфиров фосфорной кислоты состоит из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной одним спиртом, выбранным из насыщенных и линейных или разветвленных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Например, один или несколько  
45 моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной одним спиртом, выбранным из насыщенных и линейных или разветвленных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и, наиболее предпочтительно, от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной одним спиртом, выбранным из насыщенных и линейных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и наиболее предпочтительно от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе. Альтернативно, один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной одним спиртом, выбранным из насыщенных и разветвленных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей моноэфир гексилфосфорной кислоты, моноэфир гептилфосфорной кислоты, моноэфир октилфосфорной кислоты, моноэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, моноэфир нонилфосфорной кислоты, моноэфир децилфосфорной кислоты, моноэфир ундецилфосфорной кислоты, моноэфир додецилфосфорной кислоты, моноэфир тетрадецилфосфорной кислоты, моноэфир гексадецилфосфорной кислоты, моноэфир гептилнонилфосфорной кислоты, моноэфир октадецилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси.

Например, один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей моноэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, моноэфир гексадецилфосфорной кислоты, моноэфир гептилнонилфосфорной кислоты, моноэфир октадецилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси. В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты представляют собой моноэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты.

Понятно, что выражение «один или более» диэфиров фосфорной кислоты означает, что один или более видов диэфира фосфорной кислоты могут присутствовать в обработанном слое продукта обработки поверхности и/или в смеси эфиров фосфорной кислоты.

Соответственно, следует отметить, что один или несколько диэфиров фосфорной кислоты могут быть одним видом диэфира фосфорной кислоты. Альтернативно, один или несколько диэфиров фосфорной кислоты могут быть смесью двух или более видов диэфира фосфорной кислоты. Например, один или несколько диэфиров фосфорной кислоты могут быть смесью двух или трех видов диэфира фосфорной кислоты, как два типа диэфира фосфорной кислоты.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько сложных моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной двумя спиртами, выбранными из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30 в спиртовой замещающей группе. Например, один или несколько диэфиров фосфорной кислоты состоит из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной двумя жирными спиртами, выбранными из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и, наиболее предпочтительно, от



С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

Понятно, что два спирта, используемые для этерификации фосфорной кислоты, могут быть независимо выбраны из одинаковых или различных ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Другими словами, один или несколько диэфиров фосфорной кислоты могут содержать две замещающие группы, полученные из одних и тех же спиртов, или молекулы сложного диэфира фосфорной кислоты могут содержать две замещающие группы, полученные из разных спиртов.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один или несколько сложных диэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной двумя спиртами, выбранными из одинаковых или разных, насыщенных и линейных или разветвленных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Например, один или несколько сложных эфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной двумя спиртами, выбранными из одинаковых или разных, насыщенных и линейных или разветвленных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и, наиболее предпочтительно, от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько диэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной двумя спиртами, выбранными из одинаковых или различных насыщенных и линейных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30, предпочтительно от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и наиболее предпочтительно от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе. Альтернативно, один или несколько сложных эфиров фосфорной кислоты состоит из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной двумя спиртами, выбранными из одинаковых или разных насыщенных и разветвленных и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30, предпочтительно от С8-С22, более предпочтительно от С8 до С20 и, наиболее предпочтительно, от С8 до С18 в спиртовом заместителе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько диэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей диэфир гексилфосфорной кислоты, диэфир гептилфосфорной кислоты, диэфир октилфосфорной кислоты, диэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, диэфир нонилфосфорной кислоты, диэфир децилфосфорной кислоты, диэфир ундецилфосфорной кислоты, диэфир додецилфосфорной кислоты, диэфир тетрадецилфосфорной кислоты, диэфир гексадецилфосфорной кислоты, диэфир гептилнонилфосфорной кислоты, диэфир октадецилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси.

Например, один или несколько диэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, содержащей диэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, диэфир гексадецилфосфорной кислоты, диэфир гептилнонилфосфорной кислоты, диэфир октадецилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смесей. В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один или несколько диэфиров фосфорной кислоты представляют собой диэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один или

несколько моноэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей моноэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, моноэфир гексадецилфосфорной кислоты, моноэфир гептилнонилфосфорной кислоты, моноэфир октадецилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси, а один или несколько диэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей в себя диэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, диэфир гексадецилфосфорной кислоты, диэфир гептилнонилфосфорной кислоты, диэфир октадецилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси.

Например, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция включает в себя смесь сложного эфира фосфорной кислоты с одним моноэфиром фосфорной кислоты и ее солевыми продуктами реакции и один диэфир фосфорной кислоты и его солевой продукт реакции. В этом случае один сложный моноэфир фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей моноэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, моноэфир гексадецилфосфорной кислоты, моноэфир гептилнонилфосфорной кислоты, моноэфир октадецилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси, а один диэфир фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей в себя диэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, диэфир гексадецилфосфорной кислоты, диэфир гептилнонилфосфорной кислоты, диэфир октадецилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты.

Если, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты с одним моноэфиром фосфорной кислоты и ее солевыми продуктами реакции, а также с одним диэфиром фосфорной кислоты и солевыми продуктами ее реакции, понятно, что спиртовая замещающая группа одного моноэфира фосфорной кислоты и одного сложного диэфира фосфорной кислоты предпочтительно является одной и той же. Например, по меньшей мере часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, включает в себя смесь сложного эфира фосфорной кислоты с моноэфиром 2-этилгексилфосфорной кислоты и их солевые продукты реакции и диэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты и его солевые продукты реакции. Альтернативно, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты и моноэфира 2-октил-1-децилфосфорной кислоты и их солевые продукты реакции и диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты и его солевые продукты реакции. Альтернативно, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты с моноэфиром гексадецилфосфорной кислоты и их солевые продукты реакции, и диэфир гексадецилфосфорной кислоты и его солевые продукты реакции. Альтернативно, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, включает смесь сложного эфира фосфорной кислоты с моноэфиром октадецилфосфорной кислоты и ее солевые продукты реакции и диэфир октадецилфосфорной кислоты и их солевые продукты реакции. Альтернативно, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты и моноэфира 2-октил-1-децилфосфорной кислоты и их солевые продукты реакции, и диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты и его солевые продукты реакции.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей

мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, включает в себя смесь сложного эфира фосфорной кислоты из двух или более моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и двух или более диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции. В этом случае два или более моноэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей в себя моноэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, моноэфир гексадецилфосфорной кислоты, моноэфир гептилнонилфосфорной кислоты, моноэфир октадецилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, моноэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси, а два или более диэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей в себя диэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, диэфир гексадецилфосфорной кислоты, диэфир гептилнонилфосфорной кислоты, диэфир октадецилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, диэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты из двух моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и двух диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции. Например, по меньшей мере, часть поверхности материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты из моноэфира гексадецилфосфорной кислоты, моноэфира октадецилфосфорной кислоты, диэфира гексадецилфосфорной кислоты и диэфира октадецилфосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения смесь эфиров фосфорной кислоты материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции с одним или несколькими диэфирами фосфорной кислоты и их солевыми продуктами реакции в определенном молярном соотношении. В частности, молярное отношение одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции к одному или нескольким диэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции в покрывающем слой и/или в смеси эфиров фосфорной кислоты может быть от 1:1 до 1:100.

Формулировка «молярное отношение одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции к одному или нескольким диэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции» в значении настоящего изобретения относится к сумме молекулярных весов молекул моноэфира фосфорной кислоты и суммы молекулярного веса молекул моноэфира фосфорной кислоты в их солевых продуктах реакции к сумме молекулярного веса молекул диэфира фосфорной кислоты и сумме молекулярного веса молекул диэфиров фосфорной кислоты в их солевых продуктах реакции.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения молярное отношение одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции к одному или нескольким диэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции в смеси сложного эфира фосфорной кислоты составляет от 1:1 до 1:100, предпочтительно от 1:1,1 до 1:80, более предпочтительно от 1:1,1 до 1:60, еще более предпочтительно от 1:1,1 до 1:40, еще более предпочтительно от 1:1,1 до 1:20 и наиболее предпочтительно от 1:1,1 до 1:10.

Дополнительно или альтернативно, смесь эфиров фосфорной кислоты обработанного слоя содержит один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых

продуктов реакции в количестве от 1 до 50 мольных %, в расчете на молярную сумму одного или более сложного моноэфира фосфорной кислоты и его солевых продуктов реакции и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции. Например, смесь сложного эфира фосфорной кислоты обработанного слоя  
5 содержит один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции в количестве от 10 до 45 мольных %, в расчете на молярную сумму одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения,

10 I) один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, моноэтерифицированной одной молекулой спирта, выбранной из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и наиболее  
15 предпочтительно от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе, и/или

II) один или несколько диэфиров фосфорной кислоты состоит из молекулы о-фосфорной кислоты, диэтерифицированной двумя спиртовыми молекулами, выбранными из одинаковых или разных ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или  
20 линейных, алифатических или ароматических жирных спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и наиболее предпочтительно от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения смесь сложного эфира фосфорной кислоты обработанного слоя дополнительно содержит  
25 один или несколько триэфиров фосфорной кислоты и/или фосфорную кислоту и их солевые продукты реакции.

Термин «триэфир фосфорной кислоты» в смысле настоящего изобретения относится к молекуле о-фосфорной кислоты три-этерифицированной тремя молекулами спирта, выбранными из одинаковых или различных, ненасыщенных или насыщенных,  
30 разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от C6 до C30, предпочтительно от C8 до C22, более предпочтительно от C8 до C20 и, наиболее предпочтительно, от C8 до C18 в спиртовой замещающей группе.

Понятно, что выражение «один или более» триэфиров фосфорной кислоты означает,  
35 что один или несколько видов триэфира фосфорной кислоты могут присутствовать, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция.

Соответственно, следует отметить, что один или несколько триэфиров фосфорной кислоты могут быть одним видом триэфира фосфорной кислоты. Альтернативно, один  
40 или несколько триэфиров фосфорной кислоты могут быть смесью двух или более видов триэфира фосфорной кислоты. Например, один или несколько триэфиров фосфорной кислоты могут быть смесью двух или трех видов триэфира фосфорной кислоты, как два типа триэфира фосфорной кислоты.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или  
45 несколько сложных триэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной тремя спиртами, выбранными из одинаковых или различных, из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода

от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Например, один или несколько триэфиров фосфорной кислоты состоит из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной тремя жирными спиртами, выбранными из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических жирных спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и, наиболее предпочтительно, от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

Понятно, что три спирта, используемые для этерификации фосфорной кислоты, могут быть независимо выбраны из ненасыщенных или насыщенных, разветвленных или линейных, алифатических или ароматических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Другими словами, один или несколько триэфиров фосфорной кислоты могут содержать три замещающие группы, полученные из одних и тех же спиртов, или молекулы сложного триэфира фосфорной кислоты могут содержать три замещающие группы, полученные из разных спиртов.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения один или несколько сложных диэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной тремя спиртами, выбранными из одинаковых или разных, насыщенных, и линейных или разветвленных, и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30 в спиртовой замещающей группе. Например, один или несколько сложных эфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной тремя спиртами, выбранными из одинаковых или разных, насыщенных, и линейных или разветвленных, и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и, наиболее предпочтительно, от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько триэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной тремя спиртами, выбранными из насыщенных, и линейных, и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30, предпочтительно от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и наиболее предпочтительно от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе. Альтернативно, один или несколько триэфиров фосфорной кислоты состоят из молекулы о-фосфорной кислоты, этерифицированной тремя спиртами, выбранными из насыщенных, и разветвленных, и алифатических спиртов, имеющих общее количество атомов углерода от С6 до С30, предпочтительно от С8 до С22, более предпочтительно от С8 до С20 и, наиболее предпочтительно, от С8 до С18 в спиртовой замещающей группе.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько триэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, включающей триэфир гексилфосфорной кислоты, триэфир гептилфосфорной кислоты, триэфир октилфосфорной кислоты, триэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, триэфир нонилфосфорной кислоты, триэфир децилфосфорной кислоты, триэфир ундецилфосфорной кислоты, триэфир додецилфосфорной кислоты, триэфир тетрадецилфосфорной кислоты, триэфир гексадецилфосфорной кислоты, триэфир гептилнонилфосфорной кислоты, триэфир октадецилфосфорной кислоты, триэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, триэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смеси.

Например, один или несколько триэфиров фосфорной кислоты выбирают из группы, содержащей триэфир 2-этилгексилфосфорной кислоты, триэфир гексадецилфосфорной

кислоты, триэфир гептилнонилфосфорной кислоты, триэфир октадецилфосфорной кислоты, триэфир 2-октил-1-децилфосфорной кислоты, триэфир 2-октил-1-додецилфосфорной кислоты и их смесей.

В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты из одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких триэфиров фосфорной кислоты, и, опционально, фосфорной кислоты и ее солевых продуктов реакции. Например, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты, состоящую из одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких триэфиров фосфорной кислоты, и фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Альтернативно, по меньшей мере часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты из одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и, опционально, фосфорную кислоту и ее солевые продукты реакции. Например, по меньшей мере, часть поверхности материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты из одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и фосфорной кислоты и ее солевых продуктов реакции.

Если, по меньшей мере, часть поверхности содержащего карбонат кальция наполнителя содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты, содержащую один или несколько триэфиров фосфорной кислоты, то предпочтительно, чтобы смесь сложного эфира фосфорной кислоты содержала одну или более сложных триэфиров фосфорной кислоты в количестве  $\leq 10$  мол.% в расчете на молярную сумму одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких триэфиров фосфорной кислоты, и фосфорной кислоты и солевых продуктов реакции. Например, смесь сложного эфира фосфорной кислоты содержит один или несколько триэфиров фосфорной кислоты в количестве  $\leq 8$  мол.%, предпочтительно  $\leq 6$  мол.% и более предпочтительно  $\leq 4$  мол.%, как от 0,1 до 4 мол.%, в расчете на молярную сумму одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и одного или более триэфира фосфорной кислоты, и фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Дополнительно или альтернативно, если, по меньшей мере, часть поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, содержит смесь сложного эфира фосфорной кислоты, содержащую фосфорную кислоту и ее солевые продукты реакции, то предпочтительно, чтобы смесь сложного эфира фосфорной кислоты содержала фосфорную кислоту и ее солевые продукты реакции в количестве  $\leq 10$  мол.%, в расчете на молярную сумму одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких триэфиров фосфорной

кислоты, и фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции. Например, смесь сложного эфира фосфорной кислоты содержит фосфорную кислоту и ее солевые продукты реакции в количестве  $\leq 8$  мол.%, предпочтительно  $\leq 6$  мол.%, и более предпочтительно  $\leq 4$  мол.%, как от 0,1 до 4 мол.%, в расчете на молярную сумму одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких триэфиров фосфорной кислоты, и фосфорную кислоту и их солевых продуктов реакции.

Если смесь сложного эфира фосфорной кислоты дополнительно содержит фосфорную кислоту и ее солевые продукты реакции и один или несколько триэфиров фосфорной кислоты, то предпочтительно, чтобы молярное отношение фосфорной кислоты и ее солевых продуктов реакции к одному или нескольким моноэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции, к одному или нескольким диэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции, к одному или нескольким триэфирам фосфорной кислоты в смеси сложного эфира фосфорной кислоты составляло  $\leq 10$  мол.%:  $\leq 40$  мол.%:  $\geq 40$  мол.%:  $\leq 10$  мол.%, в расчете на молярную сумму одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции, и одного или нескольких триэфиров фосфорной кислоты, и фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Формулировка «молярное отношение фосфорной кислоты и ее солевых продуктов реакции к одному или нескольким моноэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции, к одному или нескольким диэфирам фосфорной кислоты и их солевым продуктам реакции, к одному или нескольким триэфирам фосфорной кислоты» в смысле настоящего изобретения относится к сумме молекулярной массы фосфорной кислоты и сумме молекулярной массы молекул фосфорной кислоты в ее солевых продуктах реакции, к сумме молекулярной массы молекул моноэфира фосфорной кислоты и сумме молекулярной массы молекул моноэфира фосфорной кислоты в ее солевых продуктах реакции, к сумме молекулярной массы молекул сложного диэфира фосфорной кислоты и сумме молекулярной массы молекул диэфира фосфорной кислоты в их солевых продуктах реакции, к сумме молекулярной массы молекул триэфира фосфорной кислоты.

Понятно, что смесь сложного эфира фосфорной кислоты может содержать солевые продукты реакции, полученные при взаимодействии материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, с одним или несколькими моноэфирами фосфорной кислоты и одним или несколькими диэфирами фосфорной кислоты и, опционально, с фосфорной кислотой. В этом случае, смесь сложного эфира фосфорной кислоты предпочтительно содержит солевые продукты реакции, такие как одна или несколько солей стронция, кальция, магния и/или алюминия моноэфиров фосфорной кислоты, и одну или несколько солей кальция, магния и/или алюминия диэфиров фосфорной кислоты, и, опционально, одну или несколько солей стронция, кальция, магния и/или алюминия фосфорной кислоты.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты и/или один или несколько диэфиров фосфорной кислоты и, опционально, фосфорная кислота могут быть, по меньшей мере, частично нейтрализованы одним или несколькими гидроксидами моно- и/или би- и/или трехвалентного катиона и/или одной или несколькими солями слабой кислоты моно- и/или би- и/или трехвалентного катиона перед приготовлением, по меньшей мере, одного

материала, содержащего карбонат кальция. Один или несколько гидроксидов би - и/или трехвалентных катионов могут быть выбраны из  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  и их смесей.

5 Дополнительно или альтернативно, если один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты и/или один или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и, опционально, фосфорную кислоту, по меньшей мере, частично нейтрализуют одним или несколькими гидроксидами и/или одной или несколькими солями слабой кислоты одновалентного катиона, то количество одновалентных катионов составляет предпочтительно  $\leq 10$  мол.%, в расчете на молярную сумму кислотных групп в одном или нескольких  
10 моноэфирах фосфорной кислоты и в одном или нескольких диэфирах фосфорной кислоты и, опционально, фосфорной кислоты, причем один или несколько гидроксидов и/или одну или несколько солей слабой кислоты одновалентного катиона для нейтрализации можно выбрать из  $\text{LiOH}$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$  и их смеси.

15 В одном из вариантов способа осуществления настоящего изобретения двухвалентные катионы, используемые для частичной нейтрализации одного или нескольких моноэфиров фосфорной кислоты и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и, опционально, фосфорной кислоты, получают из солей слабых кислот таких катионов, предпочтительно из карбонатов и/или боратов, таких как карбонат кальция.

20 Термин «слабая кислота» в значении настоящей заявки относится к кислоте Бренстеда-Лоури, то есть к поставщику  $\text{H}_3\text{O}^+$  иона, с  $\text{pK}_a > 2$ , предпочтительно от 4 до 7.

Соответственно, смесь сложного эфира фосфорной кислоты обработанного слоя может дополнительно содержать солевые продукты реакции, такие как одна или более  
25 магниевых солей моноэфиров фосфорной кислоты и одна или более магниевых солей диэфира фосфорной кислоты и, опционально, одна или несколько магниевых солей фосфорной кислоты. Дополнительно или альтернативно, смесь сложных эфиров фосфорной кислоты обработанного слоя дополнительно содержит солевые продукты реакции, такие как одна или более алюминиевых солей моноэфиров фосфорной кислоты,  
30 и одна или более алюминиевых солей диэфира фосфорной кислоты, и, опционально, одна или более алюминиевых солей фосфорной кислоты. Дополнительно или альтернативно, смесь эфиров фосфорной кислоты обработанного слоя дополнительно содержит солевые продукты реакции, такие как одна или несколько литиевых солей моноэфиров фосфорной кислоты и одна или более литиевых солей диэфира фосфорной  
35 кислоты и, опционально, одна или несколько литиевых солей фосфорной кислоты. Дополнительно или альтернативно, смесь сложных эфиров фосфорной кислоты обработанного слоя дополнительно содержит солевые продукты реакции, такие как одна или более натриевых солей моноэфиров фосфорной кислоты, и одна или более натриевых солей диэфира фосфорной кислоты, и, опционально, одна или более  
40 натриевых солей фосфорной кислоты. Дополнительно или альтернативно, смесь сложных эфиров фосфорной кислоты обработанного слоя дополнительно содержит солевые продукты реакции, такие как одна или более кальциевых солей моноэфиров фосфорной кислоты, и одна или более кальциевых солей диэфира фосфорной кислоты, и, опционально, одна или более кальциевых солей фосфорной кислоты.

45 Если один или несколько моноэфиров фосфорной кислоты и/или один или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и, опционально, фосфорную кислоту, по меньшей мере, частично нейтрализуют одним или несколькими гидроксидами и/или одной или несколькими солями слабой кислоты одновалентного катиона, то обработанный слой



и/или смесь сложного эфира фосфорной кислоты предпочтительно содержит  
одновалентные катионы в количестве  $\leq 10$  мол.% в пересчете на молярную сумму  
кислотных групп в одном или нескольких моноэфирах фосфорной кислоты и в одном  
или нескольких сложных диэфирах фосфорной кислоты, и, опционально, в фосфорной  
5 кислоте.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения смесь сложного  
эфира фосфорной кислоты обработанного слоя может дополнительно содержать  
дополнительные средства для обработки поверхности, которые не соответствуют ни  
одному или нескольким моноэфирам фосфорной кислоты, ни одному или нескольким  
10 диэфирам фосфорной кислоты и опционально, ни одному или нескольким триэфирам  
фосфорной кислоты и/или фосфорной кислоте по настоящему изобретению. Такие  
дополнительные средства для обработки поверхности предпочтительно представляют  
собой, по меньшей мере, один органический материал, такой как полисилоксан.  
Например, полисилоксаном предпочтительно является полидиметилсилоксан (PDMS).

Полисилоксан предпочтительно присутствует в таком количестве, чтобы общее  
количество указанного полисилоксана, по меньшей мере, на части поверхности  
материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, составляло менее 1000 частей  
на миллион, более предпочтительно - менее 800 частей на миллион и наиболее  
предпочтительно - меньше 600 частей на миллион. Например, общее количество  
15 полисилоксана, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя,  
содержащего карбонат кальция, составляет от 100 до 1000 частей на миллион, более  
предпочтительно от 200 до 800 частей на миллион и наиболее предпочтительно от 300  
до 600 частей на миллион, например, от 400 до 600 частей на миллион.

В одном варианте способа осуществления настоящего изобретения смесь сложного  
25 эфира фосфорной кислоты обработанного слоя содержит  $< 50$  частей на миллион C6-  
C30 карбоновых кислот.

Полимерное связующее

Согласно стадии b) процесса настоящего изобретения, предусматривается полимерное  
связующее. В способе по настоящему изобретению полимерное связующее используется  
30 для отделения отдельных частиц в уплотненном материале и химически не связано с  
поверхностью, по меньшей мере, одного порошкового материала.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения  
полимерное связующее выбирается из группы, состоящей из полиолефинов, этиленовых  
сополимеров, например, сополимеров этилена-1-октена, полипропиленов на основе  
35 металлоценов, гомополимеров или сополимеров полипропилена, предпочтительно  
гомополимеров аморфного полипропилена и их комбинации. Предпочтительно,  
полимерное связующее представляет собой полиолефин. Согласно предпочтительному  
варианту способа осуществления настоящего изобретения полиолефин выбирают из  
группы гомо- и/или сополимеров полиэтилена, гомо- и/или сополимеров полипропилена,  
40 гомо- и/или сополимеров полибутилена или их смесей. В соответствии с другим  
предпочтительным вариантом способа осуществления настоящего изобретения  
полимерное связующее выбирают из группы, состоящей из гомополимеров  
полипропилена, сополимеров этилена-1-октена, полипропиленов на основе металлоценов  
и их смесей.

Для целей настоящего изобретения выражение «на основе металлоцена» означает,  
45 что во время процесса получения полимера применялся металлоценовый катализатор,  
который представляет собой катализатор с единым центром полимеризации.

Полимерное связующее может быть в твердой форме или расплавленной форме. В

соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее представляет собой твердое полимерное связующее, например, в виде гранул или порошка. В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее представляет собой расплавленное полимерное связующее.

Понятно, что независимо от того, обеспечивается ли полимерное связующее в твердой или расплавленной форме, в какой-то момент времени при изготовлении уплотненного материала полимерное связующее окажется в жидкой форме, имеющей определенную вязкость. В соответствии с одним из вариантов способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее имеет вращательную вязкость от 100 до 400000 мПа·с, предпочтительно от 1000 до 100000 мПа·с и более предпочтительно от 5000 до 50000 мПа·с при 190°C. Вращательную вязкость измеряют с помощью ротационного вискозиметра, такого как реометр от Anton Paar, модель Physica MCR 300 Модульный Компактный реометр, с системой типа "плита-плита", имеющей диаметр 25 мм, зазор 0,2 мм и скорость сдвига  $5 \text{ с}^{-1}$ .

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее добавляют в количестве от 1 до 50 вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала, предпочтительно от 2 до 40 вес.%, более предпочтительно от 3 до 25 вес. % и, наиболее предпочтительно, от 5 до 20 вес.%. Способ по настоящему изобретению также позволяет использовать чрезвычайно низкие концентрации полимерного связующего. Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее добавляют в количестве от 1 до 10 вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала, предпочтительно от 2 до 8 вес.%. Это может дополнительно уменьшать или исключать любые отрицательные воздействия на полимерную композицию, к которой может быть добавлен уплотненный материал, и может увеличить совместимость с ней.

Способ получения уплотненного материала

Согласно настоящему изобретению предоставляется способ для производства уплотненного материала, состоящий из следующих стадий:

- a) обеспечение, по меньшей мере, одного порошкового материала,
- b) обеспечение полимерного связующего,
- c) одновременная или последовательная подача, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии a) и полимерного связующего со стадии b) в высокоскоростной смеситель,
- d) смешивание, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии a) и полимерного связующего со стадии b) в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала и
- e) снижение температуры уплотненного материала, полученного на стадии d), ниже температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего, где, по меньшей мере, один порошковый материал содержит поверхностно-обработанный продукт материала наполнителя, содержащего материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, и обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, где обработанный слой содержит
- i) по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту и/или их солевые продукты реакции и/или
- ii) сложный эфир фосфорной кислоты или смесь одного или нескольких моноэфиров

фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции и/или одного или нескольких диэфиров фосфорной кислоты и их солевых продуктов реакции.

Способ по настоящему изобретению может быть осуществлен в виде непрерывного процесса или периодического процесса.

5 В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один порошок материал, предусмотренный на стадии а), имеет температуру между 20 и 300°C и, предпочтительно, между 60 и 250°C.

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее, предусмотренное на стадии b), находится в твердой форме. В  
10 соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее, предусмотренное на стадии b), находится в расплавленной форме, предпочтительно имеющей температуру выше температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего. В соответствии с одним из вариантов способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее  
15 имеет температуру, которая на 50-300°C выше температуры стеклования полимерного связующего, если используется связующее аморфного полимера. Согласно другому варианту способа осуществления настоящего изобретения полимерного связующего, имеющего температуру, которая составляет от 10 до 200°C выше точки плавления связующего полимера, если связующий полимер, представляет собой, по крайней мере,  
20 частично кристаллический полимер. К примеру, полимерное связующее может иметь температуру от 20 до 300°C, предпочтительно между 30 и 270°C, более предпочтительно, между 40 и 250°C и, наиболее предпочтительно, между 50 и 230°C.

В соответствии с настоящим изобретением, по меньшей мере, один порошок материал со стадии а) и полимерный связующий материал со стадии b) подают в  
25 высокоскоростной смеситель. Специалистам в данной области техники известны подходящие конвейерные системы для подачи компонентов в высокоскоростной смеситель. Например, подача может быть выполнена с использованием пневматической конвейерной системы, вибрационной конвейерной системы, гибкой конвейерной системы, вертикальной конвейерной системы, спиральной конвейерной системы или комбинации  
30 одной или нескольких из вышеперечисленных систем.

Специалисту в данной области техники известны также подходящие высокоскоростные смесители. Примерами подходящих высокоскоростных смесителей являются одношнековые высокоскоростные смесители, такие как смесители с кольцевым  
слоем, выпускаемые компаниями Lödige, Amixon, AVA-Huer или Zeppelin, или  
35 высокоскоростные смесители периодического действия, доступные от компаний Henschel, Rappemeier, Mixaco, или Zeppelin, или интенсивный миксер, например, доступный от компаний Laeis или Eirich.

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения стадия с) включает одновременную или последовательную подачу, по меньшей мере,  
40 одного порошкового материала со стадии а) и полимерного связующего со стадии b) в высокоскоростной смеситель с цилиндрической обрабатывающей камерой. Согласно предпочтительному варианту способа осуществления настоящего изобретения цилиндрическая камера для обработки содержит один одношнековый высокоскоростной смеситель в горизонтальном или вертикальном положении.

45 Особенно полезными в настоящем изобретении являются обычные коммерчески доступные цилиндрические обрабатывающие камеры, содержащие одношнековый высокоскоростной смеситель, имеющий, например, следующие параметры: длина 350 мм, диаметр 90 мм при 1000-4000 об/мин; длина 1200 мм, диаметр 230 мм при 400-3000

об/мин; длина 150 мм, диаметр 150 мм при 600-1300 об/мин. Предпочтительное соотношение длины к диаметру составляет от 1:1 до 6:1, более предпочтительно от 2:1 до 5:1, особенно, от 3:1 до 4:1.

На стадии d) патентуемого способа, по меньшей мере, один порошковый материал со стадии а) и полимерное связующее со стадии б) смешиваются в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала.

Перемешивание может быть осуществлено при температуре от 100 до 200°C, предпочтительно от 120 до 180°C и, более предпочтительно, при температуре от 130 до 160°C. Предпочтительная окружная скорость перемешивания может составлять от 5 до 100 м/с, предпочтительно от 7 до 80 м/с, более предпочтительно от 10 до 50 м/с.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее, предусмотренное на стадии б), является расплавленным полимерным связующим, а на стадии d) по меньшей мере один порошковый материал со стадии а) и связующий агент со стадии б) смешиваются в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала.

Согласно другому варианту способа осуществления настоящего изобретения полимерное связующее, предусмотренное на стадии б), представляет собой связующее на основе твердого полимера, и на стадии d) по меньшей мере, один порошковый материал со стадии а) и связующее на основе твердого полимера со стадии б) смешивают в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала, причем стадию смешивания проводят при температуре выше температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего.

В соответствии с одним из вариантов способа осуществления настоящего изобретения стадия d) осуществляется при температуре, которая на 50-300°C выше температуры стеклования полимерного связующего, если используется связующее аморфного полимера. В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения стадию смешивания d) проводят при температуре, которая на 10-200°C выше температуры плавления полимерного связующего, если полимерное связующее представляет собой, по меньшей мере, частично кристаллический полимер. К примеру, стадия смешивания d) может осуществляться при температуре от 100 до 200°C, предпочтительно, от 120 до 180°C и, наиболее предпочтительно, от 130 до 160°C.

В соответствии с настоящим изобретением стадию смешивания d) проводят до образования уплотненного материала. Под уплотненным материалом подразумевается, объемный материал, состоящий из конгломерата ряда отдельных частиц, образующих материал с весовым средним размером частиц  $d_{50}$  в пределах от 10 мкм до 10 мм, измеренный с помощью ситового анализа, используя ситовую колонну Retsch AS 200 в соответствии со стандартом ISO 3310.

На стадии e) температура уплотненного материала, полученного на стадии d), снижается ниже температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего. В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения на стадии процесса e) температура уплотненного материала, полученного на стадии d), снижается ниже температуры плавления полимерного связующего. В соответствии с другим вариантом способа осуществления настоящего изобретения на стадии e) температура уплотненного материала, полученного на стадии d), снижается ниже температуры стеклования полимерного связующего.

Температура уплотненного материала, полученного на стадии d), может быть уменьшена любым способом и средствами, известными специалисту в данной области техники. Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения

стадию е) процесса осуществляют путем переноса уплотненного материала, полученного на стадии d), в охлаждающую установку. Примерами подходящих охлаждающих устройств являются псевдооживленные кипящие слои или средства, которые позволяют охлаждать уплотненный материал через охлажденные поверхности.

5 В соответствии с дополнительным вариантом осуществления реагент для обработки поверхности подают одновременно с или после подачи, по меньшей мере, одного порошкового материала в высокоскоростной смеситель. Реагент обработки поверхности может быть жидким или сжиженным и может предоставляться предпочтительно в расплавленном состоянии.

10 Основное различие между реагентом обработки поверхности и полимерным связующим заключается в том, что реагент для обработки поверхности химически связан, по меньшей мере, с одним порошковым материалом. Предпочтительно реагент для обработки поверхности служит, среди прочего, для изменения поверхностного натяжения порошкового материала и, таким образом, его гидрофобности. С другой  
15 стороны, как указано ниже, также воски могут быть использованы в качестве реагента для обработки поверхности, которые не являются химически связанными, но, в частности, служат для улучшения диспергирования и, особенно, для снижения вязкости высоковязких полимерных связующих.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения реагент  
20 для обработки поверхности выбирают из группы, включающей стеариновую кислоту, оксид цинка, синтетический парафиновый воск, полиэтиленовый металлоценовый воск и полипропиленовый воск. Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения температура реагента для обработки поверхности составляет от 20 до 300°C, предпочтительно от 60 до 250°C и более предпочтительно от 60 до  
25 120°C. Однако максимальная температура должна быть ниже температуры разложения любого из ингредиентов.

Кроме того, может быть предпочтительным, чтобы перед стадией е), то есть до того, как температура уплотненного материала, полученного на этапе d), снижается ниже температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего,  
30 уплотненный материал стадии d) переносился во второй смесительный блок. В этом втором смесительном блоке опционально дополнительное расплавленное полимерное связующее может быть добавлено к уплотненному материалу со стадии d) и смешано с ним.

Следует отметить, что обычные традиционные функциональные компоненты, такие  
35 как модификаторы ударной прочности, стабилизаторы и т.д., могут быть добавлены во время процесса смешивания или в готовый уплотненный материал, а также в конечный продукт, то есть в составную термопластичную смолу.

#### Уплотненный материал

В соответствии с еще одним аспектом настоящего изобретения предоставляется  
40 уплотненный материал, полученный с помощью способа согласно настоящему изобретению.

Не ограничиваясь какой-либо теорией, заявитель считает, что, возможно, уплотненный материал хорошо диспергируется в полимере, то есть без образования каких-либо агломератов, с использованием обычного одношнекового экструзионного  
45 оборудования из-за сочетания двух факторов, а именно: использования высокоскоростных смесителей в сочетании с использованием полимерных связующих, которые способны образовывать тонкие слои вокруг сингулярных частиц, по меньшей мере, одного порошкового материала, которые полностью покрывают поверхности

частиц, приводя к уплотненному материалу. «Хорошо диспергированный» означает, что дисперсии, которые визуальны проверены на экструдированной пленке под бинокулярной лупой с увеличением в 50 раз на каждой из полученных дисперсий, не имеют черных пятен, соответствующих матричным полимерам, или белых пятен, соответствующих, по меньшей мере, одному порошковому материалу.

Сингулизованные и покрытые частицы могут затем образовывать рыхлые конгломераты, но все же разделены поверхностными полимерными слоями. Это требуемая стадия уплотнения. Результатом уплотнения является увеличение насыпной плотности, улучшение сыпучести и подавление пыли, как описано более подробно ниже.

Авторы настоящего изобретения также обнаружили, что использование уплотненного материала в соответствии с настоящим изобретением при непрерывном получении полимерной композиции приводит к уменьшенному значению давления фильтра в полученном полимерном расплаве во время производства, что свидетельствует о более высокой степени дисперсии по сравнению с использованием традиционных маточных смесей. Еще одно преимущество способа по настоящему изобретению заключается в том, что он является недорогим технологическим процессом, приводящим к получению более дешевого конечного продукта. Это, в частности, связано с тем, что полученный уплотненный материал можно перерабатывать на обычном одношнековом оборудовании для конверсии пластмасс без необходимости компаундирования этого материала с обработанной поверхностью.

В соответствии с одним из вариантов способа осуществления настоящего изобретения уплотненный материал можно перерабатывать на одношнековом оборудовании для преобразования пластмасс. Таким образом, обычные способы компаундирования, такие как те, которые используют двухшнековые смесители или смесители непрерывного действия Фаррела, совместные смесители, смесители Бенбери или другое эквивалентное оборудование, могут быть устранены.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения уплотненный материал полностью повторно диспергируется в термопластичной полимерной композиции без стадии компаундирования. «Полностью повторно диспергируется» означает, что дисперсии, которые визуальны проверены на экструдированной пленке под бинокулярной лупой с увеличением в 50 раз на каждой из полученных дисперсий, не имеют черных пятен, соответствующих матричным полимерам, или белых пятен, соответствующих, по меньшей мере, одному порошковому материалу.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения уплотненный материал является непылящим. Такой непылящий уплотненный материал предпочтительно имеет остаток на сите более 80 вес.%, предпочтительно более 90 вес.% на сите 45 мкм, измеренный ситовым анализом с использованием ситовой колонны Retsch AS 200 в соответствии со стандартом ISO 3310.

Согласно одному варианту осуществления настоящего изобретения содержание, по меньшей мере, одного порошкового материала составляет от 50 до 99 вес.%, предпочтительно от 60 до 98 вес.%, более предпочтительно от 75 до 95 вес.%, наиболее предпочтительно от 80 до 92 вес.%, например, от 87 до 90 вес.%, в расчете от общего веса уплотненного материала.

Содержание полимерного связующего в уплотненном материале может составлять от 1 до 50 вес.%, предпочтительно от 2 до 40 вес.%, более предпочтительно от 5 до 25 вес.%, особенно от 8 до 14 вес.%, например, от 10 до 13 мас.% в расчете от общего веса

уплотненного материала.

Если реагент для обработки поверхности используется в уплотненном материале согласно настоящему изобретению, то его содержание может зависеть от удельной площади поверхности, по крайней мере, одного порошкового материала.

5 Преимущественно, присутствует в количестве от 0,01 до 10 вес.%, предпочтительно от 0,1 до 7 вес.%, более предпочтительно от 0,5 до 5 вес.%, например, от 1 до 3 вес.%, в расчете от общего веса уплотненного материала.

Использование уплотненного материала

10 В соответствии с еще одним аспектом настоящего изобретения предлагается использование уплотненного материала в соответствии с настоящим изобретением в качестве добавки к полимерной композиции.

Благодаря своим превосходным дисперсионным свойствам уплотненный материал по настоящему изобретению может быть использован в качестве добавки к полимерной композиции в любой концентрации в диапазоне от 0,1 до 80 вес.%, предпочтительно от 15 1 до 50 вес.% и, более предпочтительно, от 5 до 30 вес.%, в расчете от общей массы полимерной композиции, без необходимости получения промежуточных маточных смесей, также называемых концентратами и/или соединениями для образования полимерных конечных продуктов.

Уплотненные материалы в соответствии с настоящим изобретением также могут 20 быть использованы в способе получения полимерной композиции. Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения предлагается способ получения полимерной композиции, в котором уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением добавляют, по меньшей мере, к одному полимеру. В соответствии с предпочтительным вариантом способа осуществления настоящего 25 изобретения уплотненный материал добавляют непосредственно, по меньшей мере, к одному полимеру. Однако также возможно подвергнуть уплотненный материал дополнительной обработке, например, стадии компаундирования, перед добавлением его, по меньшей мере, к одному полимеру.

По меньшей мере, один полимер может включать гомополимеры, сополимеры, такие как, например, как блочные, привитые, нерегулярные и чередующиеся сополимеры, гетерофазные сополимеры и случайные гетерофазные сополимеры, а также полимерные смеси, модификации или их смеси. По меньшей мере, один полимер может также 30 содержать повторно используемые полимерные материалы. Содержание повторно используемых полимеров, по меньшей мере, в одном полимере может находиться в интервале от 0,01 до 100 вес.%. 35

Предпочтительно, по меньшей мере, один упомянутый полимер может быть выбран, по меньшей мере, из одного термопластичного полимера.

Такие термопластичные полимеры, подходящие для настоящего изобретения, могут включать, не ограничиваясь ими:

40 - полимеры из олефинов и диолефинов, например, полиэтилены (LDPE, LLDPE, VLDPE, ULDPE, MDPE, HDPE, UHMWPE), полипропилен, полиизобутилен, поли-4-метилпентен-1, полибутадиен, полиизопрен, полициклооктан, а также нерегулярные или блок-сополимеры, такие как сополимеры этилена и бутена-1, сополимеры этилена и гексена, сополимеры этилена и метилпентена, сополимеры этилена и октена, 45 полипропилен-полиэтилен (EP), EPM, EPDM, этиленвинилацетат (EVA) и сополимеры акриловых сложных эфиров,

- полистирол, полиметилстирол, стирол-бутадиеновые сополимеры (SB), стирол-бутадиен-стирол (SBS) и его гидрированный полимер (SEBS), стирол-изопрен, стирол-

изопренстирол (SIS), стирол-бутадиен-акрилонитрил (ABS), стирол-акрилонитрил-акрилат (ASA), стирол-малеиновый ангидрид и привитые полимеры, например, привитый стиролом бутадиен, привитый малеиновой кислотой SBS, или привитые полимеры из метилметакрилата, стирол-бутадиена и ABS (MABS),

- 5 - галогенсодержащие полимеры, такие как поливинилхлорид, полихлоропрен, поливинилиденхлорид, хлорированный полиэтилен или политетрафторэтилен,
- полимеры из ненасыщенных сложных эфиров, таких как полиакрилаты или полиметакрилаты, например, полиметилметакрилат, полиакрилонитрил, полиакриламид, полибутилакрилат,
- 10 - полимеры, полученные из ненасыщенных спиртов, таких как поливиниловый спирт, поливинилацетат или поливинилбутираль (PVB),
- полиацеталы, например, полиоксиметилен и их сополимеры,
- полифениленоксид, а также полистирольные или полиамидные смеси,
- полиуретаны (PU), в частности линейные полиуретаны (TPU),
- 15 - полиамиды (PA), такие как PA 6, PA 6,6, PA 6,10, PA 4,6, PA 4,10, PA 6,12, PA 12,12, PA 11, PA 12, а также частично ароматические полиамиды (например, полифталамиды),
- полиимиды, полиамидимиды, полиэфиримиды, поликетоны, полисульфоны, полиэфирсульфоны и полифениленсульфиды,
- полиэтилентерефталат (PET), полибутилентерефталат (PBT),
- 20 полипропилентерефталат, полиэтиленнафтиллат,
- поликарбонаты,
- производные целлюлозы, такие как нитрат целлюлозы, ацетат целлюлозы или пропионат целлюлозы,
- частично или полностью биополимерные полимеры, полученные из возобновляемых
- 25 источников биомассы, таких как растительные жиры и масла, кукурузный крахмал, гороховый крахмал или микробиота, алифатические биополиэфиры, такие как полигидроксиалканоаты (PHA), полигидроксibuтират (PHB), полигидроксивалерат (PHV), полигидроксигексаноат (PHH) или сложные полиэфиры, такие как полимолочная кислота (PLA),
- 30 - составы, смеси, сплавы и комбинации, содержащие, по меньшей мере, один из вышеуказанных полимеров.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один полимер представляет собой термопластичный полимер, выбранный из группы, состоящей из гомополимеров и/или сополимеров полиолефинов, полиамидов, полистиролов, полиакрилатов, поливинилов, полиуретанов, галогенсодержащих полимеров, сложных полиэфиров, поликарбонатов и их смесей.

- В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один полимер представляет собой полиолефин, выбранный из группы гомо- и/или сополимеров полиэтилена, гомо- и/или сополимеров полипропилена, гомо- и/или сополимеров полибутилена или их смеси. Согласно другому варианту способа осуществления настоящего изобретения, по меньшей мере, один полимер представляет собой полиолефин, содержащий полиэтилен, полипропилен, полибутилен или их смеси. Например, по меньшей мере, один полимер может быть выбран из группы, включающей
- 40 полиэтилен низкой плотности (LDPE), линейный полиэтилен низкой плотности (LLDPE),
  - 45 полиэтилен высокой плотности (HDPE), полипропилен (PP), такой как гомополимеры полипропилена, нерегулярный полипропилен, гетерофазный полипропилен или блок-сополимеры, включая полипропиленовые звенья, полистирол (PS), ударопрочный полистирол (HI-PS) и полиакрилат.



По меньшей мере, один полимер опционально может содержать одну или несколько добавок, которые хорошо известны специалисту в данной области техники. Такие добавки включают, без ограничения, УФ-поглотители, светостабилизаторы, стабилизаторы обработки, антиоксиданты, термостабилизаторы, зародышеобразователи, дезактиваторы металлов, модификаторы ударной прочности, пластификаторы, смазки, модификаторы реологических свойств, технологические добавки, пигменты, красители, оптические отбеливатели, антибактериальные реагенты, антистатические реагенты, антифрикционные реагенты, антиблокирующие агенты, связующие реагенты, диспергаторы, реагенты совместимости, поглотители кислорода, акцепторы кислот, маркеры, противотуманные реагенты, модификаторы поверхности, антипирены, вспенивающие реагенты, подавители дыма, усиливающие реагенты, такие как стекловолокна, углеродные волокна и/или стеклянные пузырьки или смеси вышеуказанных добавок.

В соответствии с еще одним аспектом настоящего изобретения обеспечивается полимерная композиция, содержащая уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением, причем указанная полимерная композиция предпочтительно представляет собой термопластичную полимерную композицию. Указанная полимерная композиция может быть получена в виде материала определенной формы, такого как пеллеты, сферы, жемчужины, шарики, гранулы, хлопья, стружки, пули или неопределенной формы, такой как, например, крошки. Альтернативно, полимерная композиция может быть смесью как определенных, так и неопределенных форм материалов.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения указанная полимерная композиция используется в способе получения полимерного продукта. Полимерная композиция может быть использована в любом способе получения полимерного продукта, известного специалисту в данной области техники. Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения способ выбирают из способов обработки расплава и предпочтительно выбирают из экструзии профилированных изделий, экструзии нити, экструзии пленки, отливания в форму, намотки волокна, совместного замешивания или пултрузии. В этом отношении уплотненный материал, полученный способом по настоящему изобретению, может служить добавкой при изготовлении пленки, получаемой экструзией с раздувом, листов, профилей труб и в таких процессах, как экструзия труб, профилей, волоконных кабелей и т.п., формование сжатием, литье под давлением, термоформование, выдувное формование, ротационное формование и т.д.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения уплотненный материал и/или полимерная композиция используются для производства волокна, филаментной нити, нити, тканого материала, нетканого материала, пленки, профиля, кабеля или литого продукта.

Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения обеспечивается полимерный продукт, содержащий уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением и/или полимерная композиция в соответствии с настоящим изобретением, где продукт представляет собой волокно, предпочтительно коверное волокно, филаментную нить, нить, тканый материал, нетканый материал, пленку, предпочтительно пленку, получаемую экструзией с раздувом, или воздухопроницаемую пленку, профиль, кабель или литой продукт.

Соответствующие условия способа для получения вышеупомянутых полимерных продуктов обычно известны специалисту в данной области и/или могут быть

установлены обычными модификациями, основанными на общих знаниях. Например, уплотненный материал и/или полимерная композиция по настоящему изобретению могут быть успешно реализованы в процессе смешивания и/или экструзии и/или компаундирования, и/или формования раздувом для получения волокна, филаментных нитей, нити, тканого материала, нетканого материала, пленки, профиля, кабеля или литого продукта.

Термин «волокно» в значении настоящего изобретения относится к линейной структуре, образующей текстильные материалы, такие как тканые или нетканые материалы, которые обычно состоят из волоконных паутинок, соединенных вместе, например, механическими способами. Соответственно, термин «волокно» понимается как относящийся к конечной структуре.

Термин «нить» в значении настоящего изобретения относится к линейной структуре, образующей текстильный материал, такой как нетканые материалы, которые обычно состоят из нитчатых паутинок, соединенных вместе, например, механическими способами. Соответственно, термин «нить» понимается как относящийся к конечной структуре. Нить может быть образована как моно-, би- или многонитяная структура. Если присутствует двух- или многонитяная структура, то состав одной нити может быть практически одинаковым. То есть, составы отдельных нитей содержат, по существу, одинаковые компоненты в одинаковых количествах. Альтернативно, состав отдельных нитей может быть различным. То есть составы отдельных нитей могут содержать одни и те же компоненты в различных количествах или составы отдельных нитей могут содержать различные компоненты в тех же количествах, или составы отдельных нитей могут содержать различные компоненты в различных количествах.

Термин «филаментная нить» в смысле настоящего изобретения относится к структуре, которая отличается от волокна, длиной ее структуры. Соответственно, термин «филаментная нить» понимается как относящийся к бесконечным волокнам. Кроме того, понятно, что филаментная нить может быть сконструирована как моно-, би- или мультифиламентная. Если присутствует би- или мультифиламентная структура, то состав одной филаментной нити может быть практически одинаковым. То есть, составы отдельных филаментных нитей содержат, по существу, одинаковые компоненты в одинаковых количествах. Альтернативно, состав отдельных филаментных нитей может быть различным. То есть составы отдельных филаментных нитей могут содержать одни и те же компоненты в различных количествах или составы отдельных филаментных нитей могут содержать различные компоненты в тех же количествах, или составы филаментных нитей могут содержать различные компоненты в различных количествах.

Поперечное сечение филаментных нитей и/или волокон и /или нитей может иметь большое разнообразие форм. Предпочтительно, чтобы форма поперечных сечений филаментных нитей, и/или волокон, и/или нитей могла быть круглой, овальной или  $n$ -угольной, где  $n \geq 3$ , например  $n$  равно 3. Например, форма поперечного сечения филаментных нитей, и/или волокон, и/или нитей является круглой, приблизительно круглой или трехлепестковой. Дополнительно или альтернативно форма поперечного сечения филаментных нитей, и/или волокон и/или нитей может быть полой.

Используемый здесь термин «текстильное изделие» относится к продукту, полученному такими способами, как расслоение, плетение, плетение, завязывание, плетение, вязание, вязание крючком или тафтинг. Для целей настоящего изобретения термин «тканый материал» относится к текстильному изделию или ткани, полученной ткачеством, а термин «нетканый материал» относится к плоской гибкой пористой листовой структуре, которая получается при помощи взаимосвязанных слоев или сетей

волокон, филаментных нитей или пленочнообразных филаментных структур.

Понятно, что филаментные нити, и/или волокна, и/или нити могут быть получены всеми способами, известными в технике, используемыми для получения таких филаментных нитей, и/или волокон, и/или нитей. Например, филаментные нити, и/или  
5 волокна, и/или нити по настоящему изобретению могут быть получены с помощью хорошо известного способа выдувания из расплава, фильерного способа производства или производства штапельного волокна.

В соответствии с известной технологией, такой как непрерывное формование нитей для пряжи или штапельного волокна, а также нетканых способов, таких как фильерный  
10 способ производства и выдувание из расплава, волокна и филаментные нити могут быть образованы путем экструзии расплавленного полимера через небольшие отверстия. Обычно волокна или филаментные нити, сформированные таким образом, затем вытягивают или удлиняют, чтобы индуцировать молекулярную ориентацию и влиять на кристалличность, приводя к уменьшению диаметра и улучшению физических свойств.

Прядение из расплава - это общий термин, описывающий производство нетканых  
15 материалов непосредственно из термопластичных полимерных композиций. Он включает в себя 2 процесса (спанлейд и выдувание из расплава) и их комбинацию. В этом способе полимерные гранулы расплавляются, и расплавленный полимер экструдирован через фильерный комплект, который создает множество непрерывных филаментных нитей.  
20 Филаментные нити затем быстро охлаждают и вытягивают и собирают с образованием нетканого полотна. Некоторая оставшаяся температура может привести к прилипанию филаментных нитей друг к другу, но это нельзя рассматривать как основной способ склеивания. Существует несколько способов формирования собранного полотна из непрерывных филаментных нитей в полезный продукт на стадии связывания, который  
25 включает, но не ограничивается каландрирование, гидроспутывание, иглопробивание и/или связывание с помощью химических веществ или адгезивов. Гидроспутывание, также известное как гидросплетение, представляет собой процесс, в котором используются струи воды высокого давления для перепутывания волокон в рыхлом  
30 полотне, тем самым создавая ткань, удерживаемую вместе силами трения между указанными волокнами.

Преимущество способа спанлейд (также известного как фильерный способ  
производства) заключается в придании нетканым материалам большей прочности. Совместная экструзия вторых компонентов используется в нескольких спанлейд  
35 процессах, обычно для обеспечения дополнительных свойств или возможностей скрепления. При выдувании полотна из расплава полимеры с низкой вязкостью экструдированы в воздушный поток с большой скоростью при выходе из фильеры. Это рассеивает расплав, отверждает и разбивает его на волокнистое полотно.

Специалистам в данной области техники известно объединение способов или тканей  
из различных процессов для получения композитных тканей, которые обладают  
40 определенными желательными характеристиками. Примерами этого является комбинирование фильерного способа и выдувания из расплава с получением слоистого полотна, которое наиболее известно как SMS, предназначенное для представления двух наружных слоев полотна, полученных при помощи фильерного способа  
производства и внутреннего слоя полотна, полученного выдуванием из расплава.  
45 Дополнительно любой или оба из этих процессов могут быть объединены в любом устройстве с процессом кардочесания штапельного волокна или скрепленными полотнами, полученными в результате процесса кардочесания нетканого штапельного  
волокна. В таких описанных слоистых материалах слои, как правило, по меньшей мере,

частично уплотняются при помощи одной из стадий скрепления, перечисленных выше.

Способы хорошо известны в данной области техники и являются коммерчески доступными для производства полотен, полученных фильерным способом. Два типичных способа известны как способ Лурги и способ Райфенхойзера. Способ Лурги основан на экструзии расплавленного полимера через отверстия фильеры, после чего вновь образованные экструдированные нити быстро охлаждаются воздухом и вытягиваются всасыванием через трубки Вентури. После формования филаментные нити распределяются на конвейерной ленте с образованием нетканого полотна. Способ Райфенхойзера отличается от способа Лурги тем, что область охлаждения филаментных нитей герметично закрыта, и охлажденный воздушный поток ускоряется, таким образом, вызывая более эффективный унос филаментных нитей в поток воздуха.

В вышеописанных системах нетканые материалы обычно получают с использованием полипропиленовых смол, имеющих индекс текучести расплава примерно от 25 до 40 г/10 мин.

«Пленкой» в смысле настоящего изобретения является лист или слой материала, имеющий среднюю толщину, которая мала по сравнению с ее длиной и шириной. Например, термин «пленка» может относиться к листу или слою материала, имеющего среднюю толщину менее 200 мкм, но более 1 мкм.

В соответствии с одним вариантом способа осуществления настоящего изобретения пленка представляет собой воздухопроницаемую пленку. Термин «воздухопроницаемая пленка» в значении настоящего изобретения относится к полимерной пленке, которая позволяет пропускать газы и пары влаги, например, из-за присутствия микропор. «Воздухопроницаемость» воздухопроницаемой пленки может быть измерена по ее скорости передачи водяных паров (WVTR), которая указана в г/(м<sup>2</sup>·день). Например, полимерная пленка может считаться «воздухопроницаемой», если она имеет WVTR, по меньшей мере, 1000 г/(м<sup>2</sup>·день). WVTR может быть определен с помощью измерительного устройства Lyssy L80-5000 в соответствии с ASTM E398.

Понятно, что пленки и/или воздухопроницаемые пленки могут быть получены всеми способами, известными в технике, используемой для получения таких пленок. Например, пленки по настоящему изобретению могут быть получены известными способами, используемыми для получения растянутых или ориентированных пленок, и предпочтительно пленок для экструзионного покрытия, пленок, получаемых экструзией с раздувом, технических пленок, получаемых экструзией с раздувом, монолент, литых пленок и т.п.

Авторы настоящего изобретения обнаружили, что полимерные продукты, содержащие уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением, вызывают снижение давления в процессе экструзии пленки. Кроме того, полимерные продукты, содержащие уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением, дополнительно показывают хорошие механические свойства, такие как модуль упругости при растяжении, испытание на растяжение при выходе и при разрыве, удлинение при разрыве и прочность на раздираание.

Согласно еще одному аспекту настоящего изобретения обеспечивается изделие, содержащее полимерный продукт в соответствии с настоящим изобретением, в котором изделие выбрано из группы, состоящей из продуктов здравоохранения, изделий из геотекстиля, сельскохозяйственных продуктов, продуктов для садоводства, одежды, обуви, товаров для багажа, товаров для дома, промышленных товаров, упаковочных изделий, строительных товаров, обивочных изделий, промышленной спецодежды, медицинских изделий, предметов домашнего обихода, таких как ковры, защитных

изделий, косметических средств, средств гигиены, материалов для фильтрации и строительных изделий.

Согласно одному варианту способа осуществления настоящего изобретения изделие выбирается из группы, состоящей из гибкой упаковки для промышленных и потребительских областей применения, включая катанные материалы, сумки, чехлы, 5 этикетки, упаковки, мембраны, термоусадочные рукава и стрейч-пленки; из жесткой упаковки для промышленных и потребительских областей применения, включая пластиковые бутылки, чашки и контейнеры; из строительных и отделочных материалов, включая трубы и трубопроводы, облицовки и профили, изоляции, уплотнения и 10 прокладки, геотекстиль; из сельскохозяйственных и садоводческих материалов, включая материалы для парников, мульчирующие пленки, туннели, упаковки для силоса и рулонов, коробки и ящики; для транспорта и автомобильной промышленности, включая детали интерьера, такие как приборные и дверные панели, консоли, стойки и сидения; детали экстерьера, такие, как облицовка бампера, крылья, задние двери, а также для 15 областей применения под капотом, включая воздухопроводы, воздушные впускные коллекторы, радиаторы и шланги охлаждения; для электрических и электронных областей применения, включая проигрыватели компакт-дисков, DVD системы, персональные компьютеры и телевизоры, ноутбуки, электронные планшеты, смартфоны, плиты, холодильники и морозильники, стиральные машины, посудомоечные машины, 20 инструменты и офисное оборудование; для медицинских областей применения, продукции для здравоохранения, включая одноразовые шапки, платья, маски, костюмы и бахилы, хирургические простыни, бинты и пакеты, губки, повязки и салфетки, постельное белье, медицинские халаты для контроля загрязнения, медицинские халаты для осмотра, лабораторные халаты, изолирующие халаты, для диагностического 25 медицинского оборудования и медицинских приборов; для продукции для личной гигиены, включая абсорбирующие средства гигиены (АНР), детские подгузники, продукцию для женской гигиены и продукцию для недержания у взрослых, салфетки, продукты ухода за кожей, полоски для депиляции; для мебели и бытовых товаров, включая древесные композиты, декоративные пленки, напольные покрытия, полы, 30 кухонную посуду, чистящие средства, средства ухода за питомцами, изделия для газона и сада; для игрушек, изделий для спорта и досуга, включая игрушечные домики, строительные наборы, игрушечные автомобили, устройства для спорта и фитнеса, обувь, одежду и спортивную одежду, оборудование для безопасности (шлем, наколенники), спортивное оборудование и чемоданы.

Объем и интерес изобретения будут лучше понятны на основе следующих примеров, которые предназначены для иллюстрации некоторых вариантов способа осуществления настоящего изобретения и не являются ограничивающими.

## ПРИМЕРЫ

### 1. Методы измерения

40 Далее описываются методы измерения, реализованные в примерах.

#### Содержание золы

Содержание золы в вес.% в образце уплотненного материала в расчете на общий вес образца определяли путем сжигания образца в тигле для сжигания, который помещали в печь для сжигания при температуре 570°C в течение 2 часов. Содержание золы 45 определяли как общее количество оставшихся неорганических остатков.

#### Линейная плотность (дтекс)

Титр или линейная плотность, выраженная в дтекс, измеряется в соответствии с EN ISO 2062 и соответствует весу в граммах 10000 м пряжи. Образец размером 25 или 100

метров наматывался на стандартную катушку с предварительным натяжением 0,5 сН/текс и взвешивался на аналитических весах. Затем вычисляли количество грамм на длину 10000 м пряжи.

Вес полотна

5 Вес полотна или масса на единицу площади ( $\text{г/м}^2$ ) измерялся согласно EN ISO 9864.

Предел прочности на разрыв, удлинение при разрыве и прочность на растяжение волокон и нетканых материалов

10 Предел прочности на разрыв вычислялся по усилию разрыва и линейной плотности и выражалась в сантиньютонах на текс (сН/текс). Испытание проводилось на динамометре с постоянной скоростью растяжения, применимыми стандартами для этого испытания являются EN ISO 5079 и ASTM D 3822.

15 Усилие разрыва - это сила, необходимая для приложения к пряже, чтобы заставить ее разорваться. Оно выражается в ньютонах (Н). Удлинение при разрыве - это увеличение длины, создаваемое растяжением пряжи до ее точки разрушения. Оно выражается в процентах (%) от своей первоначальной длины.

Прочность при растяжении, выраженная в кН/м и относительное удлинение при максимальной нагрузке, выраженное в %, измеряли в направлении экструзии (MD) и в поперечном направлении (CD). Энергетическая ценность согласно EN ISO 10319 была рассчитана по прочности на растяжение (MD+CD)/2.

20 Статическая прочность на прокол (тест CBR) нетканых материалов

Статическая прочность на прокол, выраженная в кН измерялся согласно EN ISO 12236. Этот метод определяет сопротивление проколу путем измерения силы, необходимой для толкания плунжера с плоским концом через геосинтетические материалы.

25 Вращательная вискозиметрия

Вращательную вязкость измеряли с помощью реометра от Anton Paar, Австрия, модель Physica MCR 300 Модульный Компактный реометр, с системой типа "плита-плита", имеющей диаметр 25 мм, зазор 0,2 мм и скорость сдвига  $5 \text{ с}^{-1}$ .

30 Значение давления фильтра (FPV)

35 Испытание под давлением на фильтре проводили на коммерчески доступном Collin Pressure Filter Test Teach-Line FT-E20T-IS. Метод испытания был выполнен в соответствии с Европейским стандартом EN 13900-5 с каждой из соответствующих полимерных композиций (16 г эффективного карбоната кальция на 200 г конечного образца, разбавитель: LLDPE ExxonMobil LL 1001 VX) с помощью фильтра 14 мкм типа 30 (GKD Gebr. Kufferath AG, Дюрен, Германия), в котором не использовали насос для расплава, скорость экструдера поддерживали на уровне 100 об/мин, а температура расплава составляла от 225 до 230°C (температурный режим: 190°C/210°C/230°C/230°C/230°C).

Напряжение пластического течения раздутых или воздухопроницаемых пленок

40 Определение напряжения пластического течения было выполнено согласно ISO 527-3. Ширина образца пленки составляла 15 мм, а тестируемая длина 5 см.

Удлинение пластического течения раздутых или воздухопроницаемых пленок

40 Определение напряжения пластического течения было выполнено согласно ISO 527-3. Ширина образца пленки составляла 15 мм, а тестируемая длина 5 см.

45 Е-модуль прочности на разрыв раздутых или воздухопроницаемых пленок

Определение напряжения пластического течения было выполнено согласно ISO 527-3. Ширина образца пленки составляла 15 мм, а тестируемая длина 5 см. Е-модуль соответствовал наклону кривой испытания на растяжение между точками при 0,02% и 2% относительного удлинения.

Визуальная оценка пленок, получаемая экструзией с раздувом

Образцы пленки были помещены под световой микроскоп. Агломераты карбоната кальция оказывались черными при освещении снизу и белыми при освещении сверху.

Визуальная оценка воздухопроницаемых пленок

5 Оценка производится визуально во время обработки воздухопроницаемой пленки без каких-либо вспомогательных средств для увеличения. Оценка «ОК» означает, что никакие отверстия, проколы и полосы не наблюдались.

Испытание на прокол сбрасыванием колющего предмета раздутой пленки

Измерение было выполнено согласно ASTM D 1709A.

10 Скорость пропускания водяного пара (WVTR) воздухопроницаемой пленки

Значение WVTR для воздухопроницаемых пленок измеряли с помощью измерительного устройства Lyssy L80-5000 (PBI-Dansensor A/S, Дания) в соответствии с ASTM E398.

Испытание гидростатическим давлением раздутых или воздухопроницаемых пленок

15 Испытание гидростатическим давлением было проведено согласно процедуре, которая эквивалентна методу тестирования AATCC 127-2013, WSP 80.6 и ISO 811.

Образец пленки (испытательная площадь=10 см<sup>2</sup>) устанавливали для формирования крышки на тестовом напорном резервуаре. Образец пленки подвергали

20 стандартизированному давлению воды, увеличивающемуся с постоянной скоростью до тех пор, пока на наружной поверхности пленки не появлялась утечка, или пока не произошел прорыв воды в результате отказа пленки (градиент давления=100 мбар/мин). Давление воды измерялось как высота гидростатической головки, достигнутая

25 при первых признаках утечки в трех отдельных областях образца пленки или при возникновении прорыва. Результаты измерения высоты головки были записаны в сантиметрах водного столба или в миллибарах на образец. Более высокое значение указывает на большую устойчивость к проникновению воды. Для измерения гидростатического давления использовался TEXTEST FX-3000, Гидростатический Головной Тестер (Textest AG, Швейцария).

## 2. Материалы

30 Порошковый материал

CC1 (патентоспособный): Натуральный молотый карбонат кальция, коммерчески доступный от Omya International AG, Швейцария ( $d_{50}$ : 1,7 мкм;  $d_{98}$ : 6 мкм), поверхностно-обработанный 0,7 вес.% алкенил-янтарным ангидридом (CAS [68784-12-3], концентрация

35 > 93%) в расчете на общую массу молотого карбоната кальция. ВЕТ: 3,4 г/м<sup>2</sup>, остаточное влагосодержание: 0,1 вес.%, влагопоглощение: 0,58 мг/г.

CC2 (сравнительный): Натуральный молотый карбонат кальция, коммерчески доступный от Omya International AG, Швейцария ( $d_{50}$ : 1,7 мкм;  $d_{98}$ : 6 мкм), поверхностно-обработанный 1 вес.% стеариновой кислоты (коммерчески доступной от Sigma-Aldrich,

40 Croda, США) в расчете на общий вес молотого карбоната кальция. ВЕТ: 3,4 г/м<sup>2</sup>, остаточное влагосодержание: 0,1 вес.%, влагопоглощение: 0,38 мг/г.

CC3 (сравнительный): Натуральный молотый карбонат кальция, коммерчески доступный от Omya International AG, Швейцария ( $d_{50}$ : 1,7 мкм;  $d_{98}$ : 6 мкм), поверхность

45 обработана 0,55 вес.% октановой кислотой (номер изделия O0040, коммерчески доступной от TCI Europe N.V, Бельгия), в расчете на общий вес молотого карбоната кальция. ВЕТ: 3,4 г/м<sup>2</sup>, остаточное влагосодержание: 0,1 вес.%, влагопоглощение: 0,41 мг/г.

Полимерное связующее и реагент для обработки поверхности

Связующее вещество А: гомо-полипропилен (Vorflow HL 520FB), MFR=2000 г/10 мин (230°C, 2,16 кг, ISO 1133) согласно технической спецификации, вращательная вязкость=20000 мПа·с при 190°C, коммерчески доступный от Borealis, Австрия.

5 Связующее вещество В: этилен-1-октен-сополимер (Affinity GA 1900), плотность (ASTM D792)=0,87 г/см<sup>3</sup> согласно технической спецификации, вращательная вязкость=8500 мПа·с при 190°C, коммерчески доступный от The Dow Chemical Company, США.

Реагент для обработки поверхности 1 (= SA4): полипропиленовый воск на основе металлоцена (Licocene PP-1302), плотность (23°C, ISO 1183)=0,87 г/см<sup>3</sup> согласно 10 технической спецификации, вращательная вязкость=130 мПа·с при 190°C, коммерчески доступный от Clariant International Ltd., Швейцария.

Термопластичный полимер

15 Полимер D: гомо-полипропилен (Moplen HP 561R), MFR=25 г/10 мин (230°C, 2,16 кг, ISO 1133) согласно технической спецификации, коммерчески доступный от LyondellBasell, Нидерланды.

Полимер E: гомо-полипропилен (PP HF420FB), MFR=19 г/10 мин (230°C, 2,16 кг, ISO 1133) согласно технической спецификации, коммерчески доступный от Borealis, Австрия.

20 Полимер F: линейный полиэтилен низкой плотности (Dowlex NG 5056G), MFR=1,1 г/10 мин (190°C, 2,16 кг, ISO 1133), плотность (23°C, ISO 1183)=0,919 г/см<sup>3</sup> согласно технической спецификации, доступный от Dow, Швейцария.

Полимер G: линейный полиэтилен низкой плотности (Dowlex 2035), MFR=6 г/10 мин (190°C, 2,16 кг, ISO 1133), плотность (23°C, ISO 1183)=0,919 г/см<sup>3</sup> согласно технической 25 спецификации, доступный от The Dow Chemical Company, США.

Полимер H: полиэтилен низкой плотности (Dow SC 7641), MFR=2 г/10 мин (190°C, 2,16 кг, ISO 1133), плотность (23°C, ISO 1183)=0,923 г/см<sup>3</sup> согласно технической 30 спецификации, доступный от The Dow Chemical Company, США.

### 3. Примеры

30 Пример 1 - Подготовка уплотненного материала для мультифиламентов

Использовался горизонтальный «Смеситель с кольцевым слоем/гранулятор», а именно «Amixon RMG 30» с технологической длиной 1200 мм и диаметром 230 мм, оборудованный 3 последовательно расположенными отверстиями подачи и 1 выпускным 35 отверстием. Цилиндр был снабжен двойной стенкой нагрева/охлаждения. Смешивание и уплотнение осуществляли с помощью вращающегося цилиндрического шнека, закрепленного на штифте.

40 Порошковый материал СС1 подавали под собственным весом в первое загрузочное отверстие со скоростью 22,6 кг/ч. Полимерное связующее или смесь полимерных связующих впрыскивали в жидком состоянии при температуре 230°C через загрузочное отверстие 2 со скоростью 2,4 кг/ч.

Используемые количества порошкового материала СС1 и тип и количество полимерных связующих и реагента для обработки поверхности указаны в таблице 1 45 ниже.

Смешивание и уплотнение порошкового материала и полимерного связующего или 45 полимерной связующей смеси проводили в «Смесителе с кольцевым слоем/грануляторе» при 180°C и скорости вращения шнека 800 об/мин.

Смесь покидала смеситель/гранулятор через выпускное отверстие, переносилась самотеком во второй смеситель с кольцевым слоем/гранулятор для уплотнения и 40 охлаждения, работающий при температуре 140°C и при скорости вращения шнека 400



об/мин. В этом примере оба блока имели одинаковые размеры и габариты. Полученный в результате уплотненный материал выходил из установки через выпускное отверстие и не содержал пыли и свободной текучести.

Таблица 1. Составы и свойства полученных уплотненных материалов CM1-CM3 (вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала).

	CM1	CM2	CM3
CC1 [вес.%]	88,0	88,0	88,0
Связующее А [вес.%]	--	9,6	12,0
Связующее В [вес.%]	12,0	--	--
SA4 [вес.%]	--	2,4	--
Содержание золы [вес.%]	87,2	87,5	87,7

#### Пример 2 - Получение мультифиламентных волокон

Различные количества уплотненных материалов CM1-CM3, полученных в соответствии с примером 1, были смешаны с полимером D. Из полученных смесей были получены мультифиламенты с использованием линии Collin Multifilament Lab Line CMF 100 (Dr. Collin GmbH, Германия), оборудованной одношнековым экструдером с насосом для расплава и диаметром фильеры 50 мм с 34 филаментными нитями диаметром 0,3 мм. Система прядения также была оборудована охлаждающей камерой для быстрого охлаждения многофиламентного волокна, и растягивающими дисками, и наматывающим устройством. В качестве замасливателя использовали Limanol B29 (коммерчески доступный от Schill+Seilacher GmbH, Германия). Степень вытягивания составляла 2 для образцов с 1 по 8. Использовались следующие температуры диска-валика: 1: 80° С, диск 2: 85° С, диск 3: 90° С и диск 4: 90°С.

Для сравнения, маточная смесь стандартного типа (MB1), содержащая 70 вес.% CC1, была получена в промышленном масштабе. Точное содержание наполнителя в маточной смеси определяли по зольности, которая составляла 72,2 вес.%. Скорость течения расплава (MBC, 230°С, 2,16 кг, ISO 1133) маточной смеси составляла 9,13 г/10 мин.

Составы полученных мультифиламентов собраны в таблице 2 ниже.

Механические свойства (удлинение при разрыве и предел прочности на разрыв) тестируемых образцов были определены как описано выше. Результаты механических испытаний также показаны в таблице 2 ниже.

Таблица 2. Состав и механические свойства производимых мультифиламентов (вес.% на основе общего веса уплотненного материала).

Образец	Уплотненный материал / Маточная смесь	Содержание CC1 в волокнах [вес.%]	Давление расплава Экструзия [бар]	Предел прочности на разрыв [сН/дтекс]	Удлинение при разрыве [%]
1 (срав.)	MB1	21,2	40,5	0,72	183
2	CM1	18,5	22,8	0,80	206
3	CM2	16,3	23,8	0,82	198
4	CM3	17,6	21,9	0,84	201
5 (срав.)	MB1	38,9	40,7	0,50	201
6	CM1	34,6	24,3	0,40	170
7	CM2	37,7	28,3	0,40	114
8	CM3	45,4	35,6	0,30	155

Результаты, показанные в таблице 2 выше, показывают, что мультифиламенты, содержащие уплотненный материал в соответствии с настоящим изобретением, могут быть получены с хорошими качественными и механическими свойствами с различными количествами порошкового материала. Кроме того, может быть понято из таблицы 2, что образцы, включающие патентоспособный уплотненный материал демонстрируют,

снижение давления расплава во время экструзии, по сравнению с образцами, содержащими сравнительную маточную смесь. Уменьшенное давление расплава является выгодным в отношении обрабатываемости материала и указывает на улучшенную дисперсию порошкового материала в полимерной матрице. Кроме того, механические свойства мультифиламентов улучшаются, когда в качестве исходного материала для процесса прядения применяется уплотненный материал.

Пример 3 - Подготовка уплотненного материала для нетканых материалов.

Использовался горизонтальный «Смеситель с кольцевым слоем/гранулятор», а именно «Amixon RMG 30» с технологической длиной 1200 мм и диаметром 230 мм, оборудованный 3 последовательно расположенными отверстиями подачи и 1 выпускным отверстием. Цилиндр был снабжен двойной стенкой нагрева/охлаждения. Смешивание и уплотнение осуществляли с помощью вращающегося цилиндрического шнека, закрепленного на штифте.

Порошковые материалы СС1 или СС2, соответственно, подавали под собственным весом в первое загрузочное отверстие со скоростью 22,6 кг/ч. Полимерное связующее или смесь полимерных связующих впрыскивали в жидком состоянии при температуре 230°C через загрузочное отверстие 2 со скоростью 2,4 кг/ч.

Используемые типы и количества порошковых материалов, полимерных связующих и средств для обработки поверхности указаны в таблице 3 ниже.

Смешивание и уплотнение порошкового материала и полимерного связующего или полимерной связующей смеси проводили в «Смесителе с кольцевым слоем/грануляторе» при 180°C и скорости вращения шнека 800 об/мин.

Смесь покидала смеситель/гранулятор через выпускное отверстие, переносилась самотеком во второй Смеситель с кольцевым слоем/гранулятор для уплотнения и охлаждения, работающий при температуре 140°C и при скорости вращения шнека 400 об/мин. В этом примере оба блока имели одинаковые размеры и габариты. Полученный в результате уплотненный материал выходил из установки через выпускное отверстие и не содержал пыли и свободной текучести.

Таблица 3. Составы и свойства полученных уплотненных материалов СМ4-СМ9 (вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала, нд=не измерялось).

	СМ4	СМ5	СМ6	СМ7	СМ8	СМ9
СС1 [вес.%]	88,0	88,0	88,0	--	88,5	88,5
СС2 [вес.%]	--	--	--	87,0	--	--
Связующее А [вес.%]	--	12,0	10,8	13,0	11,5	--
Связующее В [вес.%]	12,0	--	1,2	--	--	9,2
SA4 [вес.%]	--	--	--	--	--	2,3
Содержание золы [вес.%]	87,1	87,5	87,3	86,0	нд	нд

Пример 4 - Получение нетканых материалов.

Различные количества уплотненных материалов в соответствии с настоящим изобретением смешивались с полимером Е и непосредственно дозировались вместе в одношнековый экструдер, снабженный насосом для расплава. Из этих смесей были изготовлены нетканые материалы на пилотной нетканой линии Lurgi. Температуры экструдера были между 230 и 250°C. Четыре вытянутых пучка были оснащены нагнетательными насосами и фильерами, которые содержали 600 отверстий, каждый диаметром 0,8 мм. Экструдированные нити были сформованы в нетканое полотно. Скорость конвейерной ленты была отрегулирована на уровне до 20 м/мин, и для скрепления нетканого полотна использовали гидроспутывание.

Конечное скрепленное нетканое полотно шириной 100 см имело целевой вес полотна

385 г/м<sup>2</sup>.

Составы полученных нетканых материалов собраны в таблице 4 ниже.

Таблица 4. Составы подготовленных нетканых материалов (вес.% на основе общего веса образца).

Образец	Уплотненный материал	Содержание СС1 или СС2 (Содержание золы) [вес.%]
9 (сравнительный)	--	0
10	СМ5	0,9
11	СМ5	2,7
12	СМ8	2,5
13	СМ8	3,1
14 (сравнительный)	СМ7	5,7
15	СМ6	3,0
16	СМ9	2,3

Механические свойства опытных образцов определяли с использованием соответствующих тестов, описанных выше. Результаты механических испытаний также показаны в таблице 5 ниже.

Таблица 5. Свойства полученных нетканых материалов.

Образец	Линейная плотность волокна (дтекс)	Предел прочности на разрыв волокна (сН/дтекс)	Вес полотна (г/м <sup>2</sup> )	Коэффициент СВР (Н/г)	СВР (Н)	Прочность на растяжение (MD+CD)/2 (Н/г)
9 (срав.)	10,1	2,22	378	6,8	2 570	10,2
10	9,2	2,29	366	7,6	2 788	10,2
11	8,7	2,17	379	7,2	2 743	8,9
12	9,2	2,14	393	7,0	2 732	9,0
13	9,4	2,13	390	7,0	2 743	7,9
14 (срав.)	9,5	2,03	393	6,3	2 493	7,9
15	8,9	2,14	377	6,9	2 597	8,7
16	9,0	2,09	385	6,8	2 636	8,5

Как видно из результатов, приведенных в таблице 5, нетканые материалы, содержащие уплотненный материал по настоящему изобретению, могут быть изготовлены хорошего качества с улучшенными механическими свойствами по сравнению с незаполненным нетканым материалом (образец 9). Кроме того, нетканый материал, содержащий уплотненный материал с использованием порошка с обработанным слоем в соответствии с настоящим изобретением, имеет лучшие механические свойства, чем нетканые материалы, содержащие уплотненный материал с использованием порошка с другим обработанным слоем (см. образец 14).

Пример 5. Приготовление уплотненного материала для пленок, получаемых экструзией с раздувом.

Использовался горизонтальный «Смеситель с кольцевым слоем/гранулятор», а именно «Amixon RMG 30» с технологической длиной 1200 мм и диаметром 230 мм, оборудованный 3 последовательно расположенными загрузочными отверстиями и 1 выпускным отверстием. Цилиндр был снабжен двойной стенкой нагрева/охлаждения. Смешивание и уплотнение осуществляли с помощью вращающегося цилиндрического шнека, закрепленного на штифте.

Порошковые материалы СС1 или СС3, соответственно, подавали под собственным весом в первое загрузочное отверстие со скоростью 22,6 кг/ч. Полимерное связующее или смесь полимерных связующих впрыскивали в жидком состоянии при температуре 230°C через загрузочное отверстие 2 со скоростью 2,4 кг/ч.

Используемые типы и количества порошковых материалов, полимерных связующих и средств для обработки поверхности указаны в таблице 6 ниже.

Смешивание и уплотнение порошкового материала и полимерного связующего или полимерной связующей смеси проводили в «Смесителе с кольцевым слоем/грануляторе» при 180°C и при скорости вращения шнека 800 об/мин.

Смесь покидала смеситель/гранулятор через выпускное отверстие, переносилась самотеком во второй смеситель с кольцевым слоем/гранулятор для уплотнения и охлаждения, работающий при температуре 140°C и при скорости вращения шнека 400 об/мин. В этом примере оба блока имели одинаковые размеры и габариты. Полученный в результате уплотненный материал выходил из установки через выпускное отверстие и не содержал пыли и свободной текучести.

Таблица 6. Составы и свойства полученных уплотненных материалов CM10 и CM11 (вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала).

15

	CM10	CM11 (сравнительный)
CC1 [вес.%]	88,5	-
CC3 [вес.%]	-	87,5
Связующее А [вес.%]	-	-
Связующее В [вес.%]	8,6	9,4
SA4 [вес.%]	2,9	3,1
Содержание золы [вес.%]	87,7	86,6

20

Пример 6 - Производство образцов пленки, получаемых экструзией с раздувом

Пленку, получаемую экструзией с раздувом, получали с использованием 77,1 вес.% полимера F и 22,9 вес.% CM11 (BF1=сравнительный пример). Кроме того, пленку, получаемую экструзией с раздувом, получали с использованием 77,4 вес.% полимера F и 22,6 вес.% CM10 (BF2=патентоспособный пример). Пленки были получены на

экструзионной линии для пленок, получаемых экструзией с раздувом, Dr. Collin (60 мм

круглая фильера, 1,2 мм зазор для фильеры, 30 мм диаметр шнека, соотношение L/D=30, шнек со смесительным элементом). Пленки были обработаны с коэффициентом раздува BUR 2,2 и высотой линии заморозки на высоте 16 см (расстояние от фильеры).

30

Экструдер имел следующую конфигурацию:

Таблица 7. Параметры экструзии.

35

	BF1 (сравнительный)	BF2 (патентоспособный)
Температурная зона 1 (°C)	170	170
Температурная зона 2 (°C)	195	195
Температурная зона 3 (°C)	215	215
Температурная зона 4 (°C)	215	215
Температурная зона 5 (°C)	215	215
Выход (кг/ч)	4,5	4,5
Скорость вращения шнека (об/мин)	50	50
Давление фильеры (бар)	204	81
Крутящий момент (А)	5,5	4,9

40

Скорость экструдера поддерживали постоянной при 50 об/мин, а среднюю плотность пленки устанавливали равной 35 г/м<sup>2</sup> путем соответствующей регулировки скорости линии. Также был отрегулирован поток охлаждающего воздуха, чтобы поддерживать линию заморозки в том же положении.

45

Материал и механические свойства пленки, получаемой экструзией с раздувом

Таблица 8. Материал и механические свойства пленки, получаемой экструзией с раздувом, образцов BF1 и BF2.

Образец пленки, получаемой экструзией с раздувом	Направление	BF1 (сравнительный)	BF2 (патентоспособный)
Напряжение пластического течения [Н × мм <sup>-2</sup> ]	MD	10,4	9,8
	CD	9,6	10,8
Удлинение пластического течения [%]	MD	11,1	11,0
	CD	7,4	7,5
Модуль упругости при растяжении [Н×мм <sup>-2</sup> ]	MD	295	248
	CD	301	321
Вес падающего колющего предмета [г]	-	858	816
Визуальная оценка пленки	-	(-)	(+)
Содержание золы [вес. %]	-	21,0	19,5
Толщина пленки [мкм]	-	36	36

(-): много агломератов, (+): нет агломератов, MD=направление экструзии, CD= поперечное направление (направление для производства пленки, получаемой экструзией с раздувом).

Как можно увидеть из Таблицы 8, механические свойства пленок, получаемых экструзией с раздувом, изготовленных с использованием уплотненного материала в соответствии с настоящим изобретением, и сравнительных пленок, получаемых экструзией с раздувом, приблизительно одинаковы. Однако пленки, получаемые экструзией с раздувом, согласно настоящему изобретению превосходят их по оптическим свойствам (агломераты не наблюдались) и по их технологическим свойствам (см. Табл. 7, более низкое давление фильеры и крутящий момент). Улучшение технологических свойств позволяет проводить производственный процесс более эргономично и экономично.

Пример 7. Приготовление уплотненного материала для воздухопроницаемых пленок.

Использовался горизонтальный «Смеситель с кольцевым слоем/гранулятор», а именно «Amixon RMG 30» с технологической длиной 1200 мм и диаметром 230 мм, оборудованный 3 последовательно расположенными отверстиями подачи и 1 выпускным отверстием. Цилиндр был снабжен двойной стенкой нагрева/охлаждения. Смешивание и уплотнение осуществляли с помощью вращающегося цилиндрического шнека, закрепленного на штифте.

Порошковые материалы СС1 или СС3, соответственно, подавали под собственным весом в первое загрузочное отверстие со скоростью 22,6 кг/ч. Полимерное связующее или смесь полимерных связующих впрыскивали в жидком состоянии при температуре 230°C через загрузочное отверстие 2 со скоростью 2,4 кг/ч.

Используемые типы и количества порошковых материалов, полимерных связующих и средств для обработки поверхности указаны в таблице 9 ниже.

Смешивание и уплотнение порошкового материала и полимерного связующего или полимерной связующей смеси проводили в «Смесителе с кольцевым слоем/грануляторе» при 180°C и скорости вращения шнека 800 об/мин.

Смесь покидала смеситель/гранулятор через выпускное отверстие, переносилась самотеком во второй смеситель с кольцевым слоем/гранулятор для уплотнения и охлаждения, работающий при температуре 140°C и при скорости вращения шнека 400 об/мин. В этом примере оба блока имели одинаковые размеры и габариты. Полученный в результате уплотненный материал выходил из установки через выпускное отверстие и не содержал пыли и свободной текучести.

Таблица 9. Составы и свойства полученных уплотненных материалов СМ12 и СМ13 (вес. % в расчете на общий вес уплотненного материала).

	СМ12	СМ13 (сравнительный)
--	------	----------------------

CC1 [вес.%]	88	-
CC3 [вес.%]	-	87
Связующее В [вес.%]	9,6	10,4
SA4 [вес.%]	2,4	2,6

5 Пример 8 - Получение воздухопроницаемых пленок.

Воздухопроницаемые пленки были изготовлены с использованием линии литой пленки с пилотной экструзией с интегрированным блоком MDO-II (Dr. Collin GmbH, Германия), параметры температуры экструдера составляли 195°C-210°C-230°C-230°C, а скорость вращения экструдера составляла приблизительно 35 об /мин, используя

10 CM12 и CM13. Скорость ролика в блоке растяжения составляла 125/125%.  
CM12 и CM13 предварительно высушивали в течение 4 часов при 80°C. CM 12 (= патентоспособный пример) дозировали вместе с полимером G и полимером H (весовое соотношение 9:1, 9 весовых частей полимера G) в воронке для экструзии с использованием гравиметрического весового дозатора для получения содержания

15 карбоната кальция 50 вес.%, (= 57,5 вес.% CM12). CM 13 (= сравнительный пример) дозировали вместе с полимером G и H (весовое соотношение 9:1,9 весовых частей полимера G) в воронке для экструзии с использованием гравиметрического весового дозатора для получения содержания карбоната кальция 50 вес.% (=56,8 мас.% CM13).

Давление экструзии увеличивалось при использовании CM12 (содержащего CC1) в

20 течение 1 часа с 38 до 42 бар, тогда как при использовании CM13 (содержащего CC3) давление экструзии увеличилось с 48 до 161 бар.

Качество пленки полученных воздухопроницаемых пленок было проверено визуально, и пленки были протестированы с учетом их скорости передачи водяного пара (WVTR) и их гидростатического давления. Результаты приведены в таблице 10

25 ниже.

Таблица 10. Составы и свойства подготовленных воздухопроницаемых пленок.

Образец	Уплотненный материал	Качество пленки	WVTR (г/см <sup>2</sup> •день)	Гидростатическое давление (мбар)
17	CM12	ОК	4220	277
30 18 (сравнительный)	CM13	ОК	3750	235

Результаты, показанные в таблице 10, подтверждают, что воздухопроницаемая пленка согласно настоящему изобретению имеет хорошее качество и воздухопроницаемость, которая превосходит сравнительную воздухопроницаемую пленку. Кроме того, с покрытием в соответствии с настоящим изобретением возможна

35 более высокая загрузка наполнителя. В сравнительном примере (= CM13) более низкая загрузка наполнителя необходима для получения хорошей дисперсии.

Пример 9 - Приготовление уплотненного материала для оценки степени дисперсности

Для обработки порошка применялся высокоскоростной смеситель серии MTI-Mischtechnik Industrieanlagen GmbH тип LM1,5 /2,5 /5 с сосудом емкостью 2,5 л и с

40 трехкомпонентным стандартным смесительным инструментом. Смеситель нагревали до 175°C и в емкость загружали 364 г карбоната кальция (CC1 или CC3). Емкость закрывали и перемешивали в течение 2 мин при 700 об/мин. Затем мешалку открывали и к подогретому порошку добавляли 32 г полипропиленового гомополимера с

45 плотностью 0,86 г/мл и температурой плавления (DSC) 152°C. Смеситель был снова закрыт и запущен на 12 минут при 700 об/мин.

Для испытания дисперсии полученного обработанного порошка использовали лабораторный экструдер Dr Collin FT-E20T-IS со стандартным шнеком и со стандартной ленточной фильерой. Зоны нагрева нагревали до 190°C/210°C/230°C/230°C и экструдер

работал при 100 об/мин. 75 вес.% полимера G и 25 вес.% полученного порошка непрерывно подавали в экструдер с помощью гравиметрической дозирочной системы. Затем 10 г экструдированной ленты прессовали между двумя хромированными стальными листами при 190°C. Полученную пленку оптически осматривали под бинокулярной лупой с увеличением 50. Очень хорошая дисперсия была оценена с

5 отметкой 6, а очень низкая дисперсия оценена с отметкой 1 (см. Таблицу 11).  
Таблица 11. Составы и свойства полученных уплотненных материалов CM14 - CM16 (вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала).

	CM14	CM15	CM16 (сравнительный)
10 CC1 [вес.%]	90	89	-
CC3 [вес.%]	-	-	89
Связующее B [вес.%]	8	8,8	8,8
SA4 [вес.%]	2	2,2	2,2
Содержание золы [вес.%]	89,7	87,5	87,9
15 Оценка <sup>a)</sup>	2	6	2

а) Оценка относительно степени дисперсности.

Как можно видеть из сравнения CM14 и CM15 при приблизительно равном содержании золы, диспергируемость материала в соответствии с настоящим изобретением намного лучше. Кроме того, CM14 показывает, что более высокая

#### (57) Формула изобретения

1. Способ получения уплотненного материала, включающий следующие стадии:

- a) обеспечение, по меньшей мере, одного порошкового материала,
  - b) обеспечение полимерного связующего,
  - c) одновременную или последовательную подачу, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии a) и полимерного связующего со стадии b) в высокоскоростной смеситель,
  - d) смешивание, по меньшей мере, одного порошкового материала со стадии a) и полимерного связующего со стадии b) в высокоскоростном смесителе до образования уплотненного материала и
  - e) снижение температуры уплотненного материала, полученного на стадии d), ниже температуры плавления или температуры стеклования полимерного связующего, где, по меньшей мере, один порошковый материал содержит продукт из поверхностно-обработанного материала наполнителя, содержащего материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, и обработанный слой, по меньшей мере, на части поверхности материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, где обработанный слой содержит
  - i) по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид, и/или, по меньшей мере, одну монозамещенную янтарную кислоту, и/или их солевые продукты реакции.
2. Способ по п. 1, в котором материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, представляет собой природный измельченный карбонат кальция, осажденный карбонат кальция, карбонат кальция с модифицированной поверхностью или их смесь и предпочтительно природный измельченный карбонат кальция.

3. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором материал наполнителя, содержащий карбонат кальция, имеет средневзвешенный размер частиц  $d_{50}$  от 0,05 до

10 мкм, предпочтительно от 0,1 до 7 мкм, более предпочтительно от 0,25 до 5 мкм и наиболее предпочтительно от 0,5 до 4 мкм.

4. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором, по меньшей мере, один монозамещенный янтарный ангидрид состоит из янтарного ангидрида, монозамещенного группой, выбранной из линейной, разветвленной, алифатической и циклической групп, имеющей общее количество атомов углерода от C2 до C30, предпочтительно от C3 до C25 и наиболее предпочтительно от C4 до C20 в замещающей группе.

5. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором поверхностно обработанный продукт материала наполнителя содержит обработанный слой в количестве, по меньшей мере, 0,1 вес.% в расчете на общий сухой вес, по меньшей мере, одного материала наполнителя, содержащего карбонат кальция, предпочтительно в количестве от 0,1 до 3 вес.%.

6. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором, по меньшей мере, один порошковый материал добавляют в количестве от 50 до 99 вес.% в расчете на общий вес уплотненного материала, предпочтительно от 60 до 98 вес.%, более предпочтительно от 80 до 92 вес.% и наиболее предпочтительно от 87 до 90 вес.%.

7. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором полимерное связующее имеет вращательную вязкость от 100 до 400000 мПа·с, предпочтительно от 1000 до 100000 мПа·с и более предпочтительно от 5000 до 50000 мПа·с при 190°C.

8. Способ по любому из предшествующих пунктов, в котором полимерное связующее выбирают из группы, состоящей из полиолефинов, этиленовых сополимеров, например сополимеров этилена-1-октена, полипропиленов на основе металлоценов, гомополимеров или сополимеров полипропилена, предпочтительно гомополимеров аморфного полипропилена, и их комбинации.

9. Уплотненный материал, полученный способом по любому из пп. 1-8.

10. Применение уплотненного материала по п. 9 в качестве добавки к полимерной композиции.

11. Применение уплотненного материала по п. 9 в способе получения полимерной композиции, в котором уплотненный материал добавляют, по меньшей мере, к одному полимеру, причем указанный, по меньшей мере, один полимер предпочтительно выбирают из, по меньшей мере, одного термопластичного полимера.

12. Применение по п. 11, в котором, по меньшей мере, один термопластичный полимер выбран из группы, состоящей из гомополимеров и/или сополимеров полиолефинов, полиамидов, полистиролов, полиакрилатов, поливинилов, полиуретанов, галогенсодержащих полимеров, сложных полиэфиров, поликарбонатов и их смесей.

13. Применение уплотненного материала по п. 9 в способе получения полимерного продукта, причем способ предпочтительно выбирается из способов обработки расплава и более предпочтительно выбирается из экструзии профилированных изделий, экструзии жгута, экструзии пленки, отливания в форму, намотки волокна, совместного замешивания или пултрузии.

14. Применение уплотненного материала по п. 9 в полимерном продукте, где продукт представляет собой волокно, предпочтительно коверное волокно, филаментную нить, нить, тканый материал, нетканый материал, пленку, предпочтительно пленку, получаемую экструзией с раздувом, или воздухопроницаемую пленку, профиль, кабель или литой продукт.

15. Применение уплотненного материала по п. 9 в изделии, где изделие выбрано из группы, состоящей из продуктов здравоохранения, изделий из геотекстиля,



сельскохозяйственных продуктов, продуктов садоводства, одежды, обуви, товаров для багажа, товаров для дома, промышленных товаров, упаковочных изделий, строительных товаров, обивочных изделий, промышленной спецодежды, медицинских изделий, предметов домашнего обихода, защитных изделий, косметических средств, средств гигиены, материалов для фильтрации, ковров и строительных изделий.

16. Полимерная композиция, содержащая уплотненный материал по п. 9, при этом указанная полимерная композиция предпочтительно представляет собой термопластичную полимерную композицию.

17. Применение полимерной композиции по п. 16 в способе получения полимерного продукта, причем способ предпочтительно выбирается из способов обработки расплава и более предпочтительно выбирается из экструзии профилированных изделий, экструзии жгута, экструзии пленки, отливания в форму, намотки волокна, совместного замешивания или пултрузии.

18. Полимерный продукт, содержащий уплотненный материал по п. 9 и/или полимерную композицию по п. 16, где продукт представляет собой волокно, предпочтительно коверное волокно, филаментную нить, нить, тканый материал, нетканый материал, пленку, предпочтительно пленку, получаемую экструзией с раздувом, или воздухопроницаемую пленку, профиль, кабель или литой продукт.

19. Изделие, содержащее полимерный продукт по п. 18, где изделие выбрано из группы, состоящей из продуктов здравоохранения, изделий из геотекстиля, сельскохозяйственных продуктов, продуктов садоводства, одежды, обуви, товаров для багажа, товаров для дома, промышленных товаров, упаковочных изделий, строительных товаров, обивочных изделий, промышленной спецодежды, медицинских изделий, предметов домашнего обихода, защитных изделий, косметических средств, средств гигиены, материалов для фильтрации, ковров и строительных изделий.

30

35

40

45